

“ANÁLISIS MECÁNICO Y FISICOQUÍMICO DE UN MATERIAL COMPUESTO DE MATRIZ TERMOESTABLE Y REFUERZO DE FIBRA DE CARBONO: COMPARATIVA DE PROPIEDADES DEL MATERIAL CURADO FUERA Y DENTRO DE AUTOCLAVE”



PROYECTO
FIN DE
CARRERA



Universidad
Carlos III de Madrid

Laura Sánchez Vicente

Dirigido por:

Mar Zuazo Ruiz

Departamento de Ingeniería de Proyectos y Estrategia. FIDAMC

Betty Fantina Llorente

Departamento de Ingeniería de Desarrollo y Fabricación. FIDAMC

Tutorizado por:

María Asunción Bautista Arija

Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales e Ingeniería Química. Escuela Politécnica Superior de la Universidad Carlos III

Universidad Carlos III de Madrid

Junio 2011

Agradecimientos

Se me da muy mal esto de escribir, pero quiero daros las gracias a todos los que me acompañáis cada día, y nunca os digo lo importantes que sois para mí.

Primero agradecérselo a lo más importante en mi vida, mi Patatita y mi Chito. Sin ellos no hubiera podido sacarlo adelante. Gracias por soportarme en exámenes, por escucharme mis batallas universitarias, incluso por terminar viendo bonitas las torretas de las carreteras. Gracias por todo, por haberme hecho la vida más fácil, más feliz y estar siempre ahí incondicionalmente. Aunque no suela decíroslo, os quiero por encima de todo, sin vosotros no sería nada.

Gracias aunque no estés aquí, seguro que hoy sería unos de los días más felices de tu vida... te echo de menos abuelo.

Gracias a ti, que siempre has estado ahí de una forma u otra, y espero que siempre estés. Te quiero.

FIDAMC, gracias a todos, por preocuparos y querer mi pronta vuelta, por ayudarme y enseñarme un mundo desconocido para mí, en el que quiero seguir y crecer junto a vosotros.

Gracias a todos los que habéis puesto vuestro granito de arena en mi proyecto, Mar, Betty, Nuria, Silvia, Rafa y Carlos. Ha costado, pero aquí está... ¡os debo unas palmeritas!

A mis compis del trabajo, gracias por los desayunos, por los correos y por todo lo que me habéis enseñado ¡aun siendo eléctrica! A mis prefes, gracias por esas salidas a comer, por las salidas de fiesta, los gotiqueos, las escapadas a la playa... os quiero un montón.

Recordar a todos mis compis de uni, a los que han sido más que eso, a los que han terminado, y los que empezaron conmigo... pero en especial a los que siempre estarán ahí.

A todos mis amigos y amigas, por haberme dado ánimos en exámenes, por alegraros por mis aprobados, y por estar deseando que lea para verme más. Gracias por estar en lo bueno y lo malo, mil besitos a todos.

Laura

Resumen

En este proyecto se ha investigado a través de un estudio comparativo, las variaciones fisicoquímicas y mecánicas de un material compuesto de matriz epoxídica termoestable con refuerzo de fibra de carbono polimerizado en estufa y en autoclave.

El principal objetivo de este proyecto es intentar buscar nuevas vías de reducción de costes de fabricación de los materiales compuestos, automatización de los procesos y control de la eficiencia energética, en definitiva, reducir el uso del autoclave.

El curado en autoclave eleva el coste de fabricación del producto final, pero las propiedades que adquieren los materiales conocidos hasta ahora, son incomparables con los resultados obtenidos en piezas curadas fuera de autoclave, ya que la compactación de las láminas y la distribución de resina en los laminados que se obtiene mediante este proceso, es de una calidad superior.

Se intenta buscar nuevos materiales específicos para el curado fuera de autoclave, de los que se obtengan propiedades óptimas requeridas en estructuras primarias comparables, térmica y mecánicamente, a los materiales existentes curados en autoclave. Este proyecto se encarga de caracterizar un nuevo material, curándolo de ambas maneras, y comparando si sus propiedades se ajustan a la calidad requerida en las estructuras primarias de un avión.

Los aviones se componen de partes primarias y partes secundarias. Las primeras necesitan unos requerimientos mayores ya que pertenecen a la estructura elemental de la aeronave. Actualmente este tipo de piezas son fabricadas a través procesos RTM (Moldeo por transferencia de resinas) que facilita la fabricación de piezas con estructuras complejas, partiendo de material seco y posterior inyección de resina, o mediante preimpregnados curados en autoclave.

Durante el curado mediante autoclave se aporta una presión que tiene un papel importante en la reducción del volumen de huecos existentes en un laminado, ya que el número de volátiles y el porcentaje de porosidad disminuyen, mejorando la compactación del producto final, y por tanto sus propiedades.

El volumen de huecos permitido en estructuras primarias en el mundo aeroespacial es un máximo de un 2%. Este proyecto se encargará de justificar, si el nuevo material propuesto, curado fuera de autoclave, cumple las condiciones de porosidad permitidas. Para ello se ha realizado una etapa experimental en la que se han fabricado dos baterías de paneles, cada una de ellas con un método de fabricación diferente, curado en estufa o en autoclave; los cuales se han analizado a través de ensayos fisicoquímicos (calorimetría diferencial de barrido (DSC) y volumen de huecos (V_H)) y mecánicos (ensayo de resistencia a cortadura interlaminar (ILSS) y ensayo de tracción), con el fin de comparar las propiedades que adquiere el material según su proceso de curado.

Tras la caracterización del material se ha podido comprobar que las propiedades que adquiere el material curado fuera de autoclave son semejantes en el caso fisicoquímico, e incluso mejores en el caso mecánico. Por tanto, con la utilización de este material, se podría reducir el coste de fabricación aproximadamente un 30% según estudios realizados y obteniendo como producto final, un material con altas prestaciones y de calidad comparable a curados en autoclave.

INDICE DE CONTENIDO

1	Introducción y objetivos	16
1.1	Procesado de materiales compuestos para estructuras primarias de aviones	16
1.2	Problemática del sector	17
1.3	Objetivos.....	19
2	Estado del arte.....	20
2.1	Materiales compuestos	20
2.1.1	Introducción a los materiales compuestos	20
2.1.2	Ventajas de los materiales compuestos.....	22
2.1.3	Inconvenientes de los materiales compuestos.....	23
2.1.4	Defectología típica de los materiales compuestos	24
2.2	Fibra de carbono.....	28
2.2.1	Introducción de la fibra de carbono	28
2.2.2	Clasificación de la fibra de carbono	30
2.2.3	Propiedades y características de la fibra de carbono	31
2.2.4	Fabricación de la fibra de carbono	33
2.3	Resinas epoxídicas termoestables.....	36
2.3.1	Introducción a las resinas epoxídicas termoestables	36
2.3.2	Ventajas e inconvenientes de las resinas epoxídicas termoestables	39
2.4	Preimpregnados	40
2.4.1	Introducción a preimpregnados.....	40
2.4.2	Proceso de impregnación de las fibras	40
2.4.3	Clasificación y defectología de fibras preimpregnadas	42
2.5	Métodos de fabricación y procesado de materiales compuestos	44
2.6	Presentación de la empresa	53

3	Procedimiento experimental.....	54
3.1	Estudios previos: patentes y proyectos de investigación del sector	54
3.2	Plan de trabajo.....	56
3.2.1	Fabricación de los paneles	56
3.2.1.1	Instalaciones.....	56
3.2.1.2	Codificación de los paneles	58
3.2.2	Caracterización fisicoquímica y mecánica.....	60
3.3	Metodología.....	61
3.3.1	Materiales.....	61
3.3.2	Proceso	62
3.3.3	Caracterización.....	73
3.4	Técnicas y ensayos	74
3.4.1	Inspección no destructiva de los paneles.....	74
3.4.1.1	Ultrasonidos.....	75
3.4.2	Ensayos fisicoquímicos.....	79
3.4.2.1	Calorimetría diferencial de barrido	79
3.4.2.2	Volumen de huecos	83
3.4.3	Ensayos mecánicos.....	85
3.4.3.1	Ensayo de cortadura interlaminar (ILSS)	85
3.4.3.2	Ensayo de tracción	89
4	Resultados y discusión	92
4.1	Ultrasonidos.....	93
4.2	DSC.....	95
4.3	Volumen de huecos	103
4.4	ILSS.....	107
4.5	Ensayo de tracción	112

5	Conclusiones	117
6	Líneas de investigación para el futuro.....	120
7	Presupuesto	121
8	Glosario	123
9	Referencias	125

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Estructura primaria de un avión comercial Airbus A-380 [2].....	16
Figura 2. Comparación propiedades mecánicas del acero, aluminio y material compuesto [6]	21
Figura 3. Delaminación entre capas	25
Figura 4. Inclusión	25
Figura 5. Porosidad distribuida	26
Figura 6. Porosidad interlaminar	26
Figura 7. Imágenes por SEM fibra de carbono	28
Figura 8. Evolución de aplicaciones de la fibra de carbono en la última década	29
Figura 9. Comparativa de tipos de fibras en función de sus propiedades mecánicas [6]	30
Figura 10. Tipos de tejidos [6]	32
Figura 11. Procesado de la fibra de carbono [6]	34
Figura 12. Efecto de la temperatura de fabricación en las propiedades mecánicas [6]	35
Figura 13. A) Polimerización de una resina epoxi B) Molécula de epóxido	36
Figura 14. Procesado típico de un termoestable [18].....	37
Figura 15. Ejemplo de agente de curado activo	37
Figura 16. Proceso por fusión en caliente.....	41
Figura 17. Impregnación con mezcla de resina y disolvente (<i>solvent</i>)	41
Figura 18. Esquema cinta unidireccional y tejido	42
Figura 19. Defectologías típicas de los preimpregnados	43
Figura 20. Configuración bolsa de vacío para impregnado de resinas [6]	45
Figura 21. Maquinaria RTM para paneles planos	45
Figura 22. Esquema proceso RTM [6]	46
Figura 23. Esquema del proceso RFI [6]	47
Figura 24. Proceso infusión de resina líquida [6]	47
Figura 25. Estufa	48

Figura 26. A) Proceso de fabricación por pultrusión. B) Maquinaria realizando pultrusión [6]	48
Figura 27. Maquinaria encintado automático	49
Figura 28. Procesado <i>Fiber Placement</i> [6].....	51
Figura 29. Maquinaria <i>Fiber Placement</i>	51
Figura 30. Autoclave.....	52
Figura 31. Instalaciones de FIDAMC	53
Figura 32. Especificaciones área limpia [23].....	56
Figura 33. Proceso de laminado en zona limpia	57
Figura 34. Maquinaria ensayos no destructivos (Ultrasonidos)	58
Figura 35. Conexión toma de vacío	63
Figura 36. Bolsa de compactación.....	63
Figura 37. Esquema de bolsa de vacío para las compactaciones	64
Figura 38. Termopar colocado para el control de la temperatura del útil.....	65
Figura 39. Laminados con pisa y termopares colocados	65
Figura 40. Esquema bolsa de vacío para el curado de los paneles	66
Figura 41. Bolsa de curado lista para entrar en autoclave	66
Figura 42. Útil dentro de la estufa.....	67
Figura 43. Ciclo de curado de estufa	68
Figura 44. Útil dentro del autoclave	70
Figura 45. Ciclo de curado de autoclave utilizado en el proyecto	70
Figura 46. Paneles curados con pérdidas de resina	72
Figura 47. Paneles para desmoldear	72
Figura 48. Calibración de los ejes del panel para su inspección	77
Figura 49. Inspección por ultrasonidos	78
Figura 50. Equipo de DSC.....	79
Figura 51. A) Posición de las dos cápsulas de estudio (muestra y referencia) B) Ejemplo de una	

cápsula con una muestra de resina en su interior.....	80
Figura 52. Portador de cápsulas.....	81
Figura 53. Gráfica ejemplo de un barrido dinámico a 10°C/min de una muestra por DSC	82
Figura 54. Útil ensayo ILSS	85
Figura 55. Colocación de los rodillos en el ensayo ILSS [26].....	86
Figura 56. Perfil probeta ensayo ILSS normalizada [26]	86
Figura 57. Medidas en milímetros de probetas y radios de los rodillos [26]	87
Figura 58. Formas de rotura posibles al realizar ensayo ILSS [26]	88
Figura 59. Útil para el ensayo de tracción.....	89
Figura 60. Dimensión de las probetas normalizadas para ensayo de tracción [27]	89
Figura 61. Extensómetro equipo de tracción	91
Figura 62. C-Scan de Amplitud con umbral de 6 dB y ToF, y A-Scan puntual	93
Figura 63. C-Scan de Amplitud con umbral de 6 dB y ToF, y A-Scan puntual	94
Figura 64. Barrido dinámico a 10°C/min: muestra de tejido curado en estufa	97
Figura 65. Barrido dinámico a 10°C/min: muestra tejido curado en autoclave	98
Figura 66. Barrido dinámico a 10°C/min: muestra de cinta curada en estufa.....	99
Figura 67. Barrido dinámico a 10°C/min: muestra de cinta curada en autoclave	100
Figura 68. Gráficos comparativos grado de curado y T_g de refuerzo de tejido	101
Figura 69. Gráficos comparativos grado de curado y T_g de refuerzo de cinta unidireccional.....	101
Figura 70. Gráfico comparativo de volumen de huecos con refuerzo de tejido	105
Figura 71. Gráfico comparativo de volumen de huecos con refuerzo de cinta unidireccional.....	105
Figura 72. Gráfico comparativo resistencia a cortadura para refuerzo de tejido.....	110
Figura 73. Gráfico comparativo resistencia a cortadura para refuerzo de cinta unidireccional	110
Figura 74. Gráfico comparativo resistencia a tracción y módulo elástico para refuerzo de tejido.	115
Figura 75. Gráfico comparativo resistencia a tracción y módulo elástico para refuerzo de cinta unidireccional	115

INDICE DE TABLAS

Tabla 1. Clasificación según las propiedades mecánicas de la fibra de carbono	30
Tabla 2. Clasificación de las fibras de carbono según si numero de filamentos	31
Tabla 3. Codificación de los paneles fabricados	59
Tabla 4. Parámetros curado en estufa	68
Tabla 5. Parámetros curado en autoclave	71
Tabla 6. Referencia Tejido DSC	95
Tabla 7. Referencia Cinta DSC	95
Tabla 8. Resultados obtenidos por DSC sobre tejido curado en estufa	96
Tabla 9. Resultados obtenidos por DSC sobre tejido curado en autoclave	98
Tabla 10. Resultados obtenidos por DSC sobre cinta curada en estufa	99
Tabla 11. Resultados obtenidos por DSC sobre cinta curada en autoclave	100
Tabla 12. Datos a evaluar del ensayo de DSC	101
Tabla 13. Resultados obtenidos volumen de huecos cinta curada en estufa	103
Tabla 14. Resultados obtenidos volumen de huecos cinta en autoclave	103
Tabla 15. Resultados obtenidos volumen de huecos tejido curado en estufa	104
Tabla 16. Resultados obtenidos volumen de huecos tejido curado en autoclave	104
Tabla 17. Datos a evaluar ensayo volumen de huecos	105
Tabla 18. Datos ensayo ILSS para cinta curada en estufa	107
Tabla 19. Resultados ensayo ILSS para cinta curada en estufa	107
Tabla 20. Datos ensayo ILSS para cinta curada en autoclave	108
Tabla 21. Resultados ensayo ILSS para cinta curada en autoclave	108
Tabla 22. Datos ensayo ILSS para tejido curado en estufa	108
Tabla 23. Resultados ensayo ILSS para tejido curado en estufa	109
Tabla 24. Datos ensayo ILSS para tejido curado en autoclave	109
Tabla 25. Resultados ensayo ILSS para tejido curado en autoclave	109

Tabla 26. Datos a evaluar del ensayo ILSS	110
Tabla 27. Datos ensayo tracción para cinta curada en estufa.....	112
Tabla 28. Resultados ensayo tracción para cinta curada en estufa	112
Tabla 29. Datos ensayo tracción para cinta curada en autoclave	113
Tabla 30. Resultados ensayo tracción para cinta curada en autoclave.....	113
Tabla 31. Datos ensayo tracción para tejido curado en estufa.....	113
Tabla 32. Resultados ensayo tracción para tejido curado en estufa	114
Tabla 33. Datos ensayo tracción para tejido curado en autoclave	114
Tabla 34. Resultados ensayo tracción para tejido curado en autoclave.....	114
Tabla 35. Datos a evaluar ensayo de tracción	115
Tabla 36. Costes fabricación, ensayos y material.....	121
Tabla 37. Coste de personal.....	121
Tabla 38. Coste total del proyecto	122

INDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1. Volumen de huecos	84
Ecuación 2. Resistencia a cortadura interlaminar	88
Ecuación 3. Tensión de tracción.....	90
Ecuación 4. Grado de curado	96
Ecuación 5. Entalpía corregida de referencia	96

1 Introducción y objetivos

1.1 Procesado de materiales compuestos para estructuras primarias de aviones

En este proyecto se investiga la posibilidad de reducir el uso de autoclave en el curado de piezas aeronáuticas pertenecientes a la estructura primaria del avión. En la Figura 1, se pueden observar cuales son las estructuras primarias en el caso de un avión comercial. Éstas son las más críticas, ya que dan soporte a las estructura del avión [1], y por tanto necesitan unos requisitos estructurales y una calidad superior al resto de piezas que lo componen.

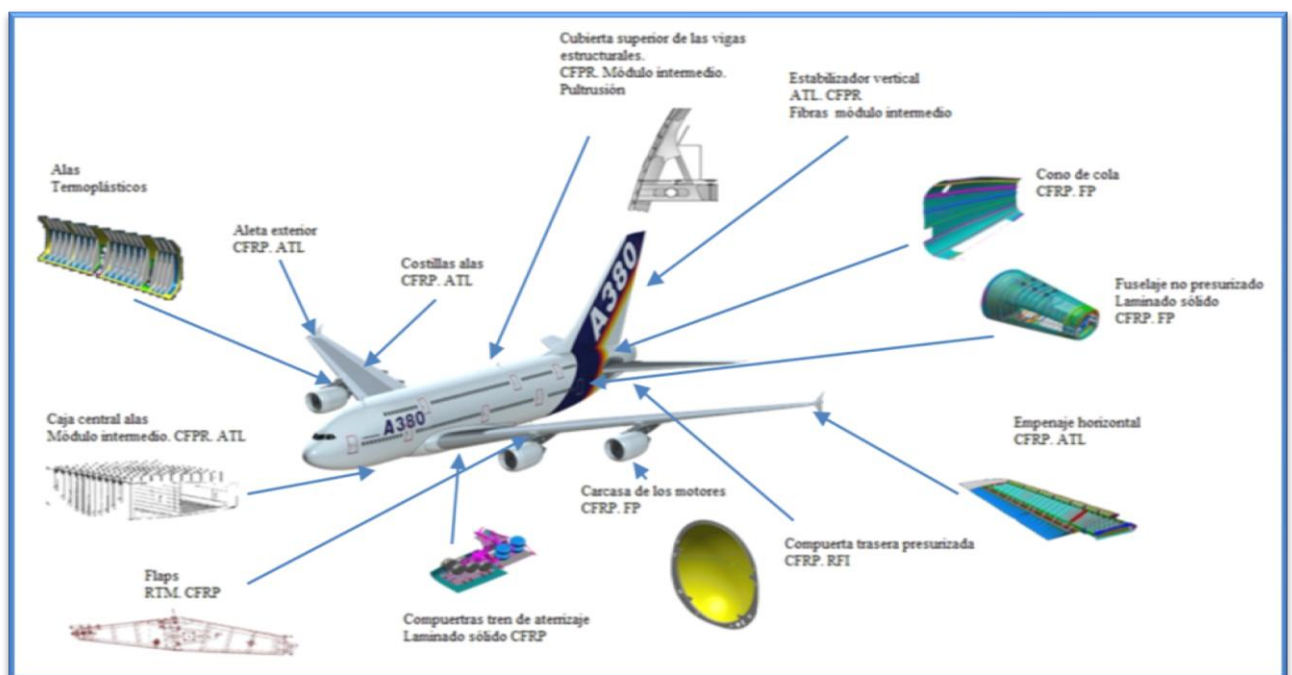


Figura 1. Estructura primaria de un avión comercial Airbus A-380 [2]

En la actualidad las estructuras de material compuesto primarias de un avión se fabrican mediante tres procesos principalmente:

- Apilado manual de fibras secas más una inyección de resina y curado en estufa, (Moldeo por transferencia de resinas (RTM), Infusión de resina en forma de film (RFI), etc.).

- Apilado automático de cintas unidireccionales preimpregnadas (*Automatic Tape Laying* (ATL) y *Fiber Placement* (FP)) y un posterior curado en autoclave.
- Apilado manual de material preimpregnado y posterior curado en autoclave.

Para reducir el uso de autoclave se está buscando nuevas vías de curado. En el caso de materiales secos curados en estufa, como por ejemplo de RTM y RFI, son utilizados para estructuras curvas complejas y mayor porcentaje de volumen de fibra.

En el caso de materiales preimpregnados, se utilizan diferentes opciones de procesado, siendo la más común el encintado automático (ATL y FP) y el curado en autoclave. Pero cabe la posibilidad de otras dos vías de producción desarrolladas fuera de autoclave: encintar el material en útiles calefactados, donde se procederá a su curado, lo que se conoce como *Quickstep process* [3], o a través de un encintado de ATL, en el que el proceso de curado está integrado en el cabezal, lo que se conoce como consolidación in situ, siendo todavía un método en vía de investigación.

Otra opción de desarrollo de procesos de fabricación para estructuras primarias fuera de autoclave tiene su fundamento en la introducción y caracterización de nuevos materiales. En este proyecto se caracteriza un nuevo material de fibra de carbono preimpregnado con matriz termoestable ideado para ser curado en estufa sin presión.

Dicho material se va a curar en estufa sin presión y dentro de autoclave (con presión y temperatura), con el fin de comparar ambos procesos desde el punto de vista tiempo/energía, como las propiedades obtenidas de los especímenes fabricados para evaluar, comprobando como influye el proceso de curado, en el porcentaje de volumen de huecos y en el comportamiento mecánico.

1.2 Problemática del sector

El proceso de curado en autoclave es caro, dado el gran consumo eléctrico que tiene, pero sobre todo se encarece, porque se requiere de una atmosfera de gas inerte (nitrógeno) dentro del autoclave, para evitar posibles incendios durante los curados debidos a reacciones exotérmicas de las resinas.

El consumo de gas es elevado y costoso según dimensiones del autoclave. En algunos casos, se instala una planta de recepción de nitrógeno, lo que hace poder reutilizar dicho gas, pero encarece considerablemente la inversión inicial y el mantenimiento del conjunto, por tanto, tampoco es una solución completamente efectiva.

A parte del consumo elevado que se tiene en los ciclos de curado, como se ha comentado, es un proceso que no está del todo optimizado. La presión que se introduce durante el curado, se hace de principio a fin del ciclo, cuando realmente esa inyección de presión debería darse en el momento en el que la resina del compuesto llega a su estado gel, siendo mínima la viscosidad y el momento preciso para eliminar el mayor número de volátiles y excesos de resina. De igual manera, la presión podría retirarse una vez que se llegue al 75% de curado, ya que la resina estaría cristalizada y aunque se le continúe la aplicación, los huecos que ya existan no son eliminables, debido a que es un proceso irreversible.

En el caso de poder realizar los curados de preimpregnados en estufa, sería un ahorro energético y económico importante. La empresa SME [4][5], realizó un estudio en 2008 donde se comparaba la reducción de coste que suponía realizar un curado en autoclave y fuera, donde los resultados obtenidos fueron los siguientes:

- Ahorro de material: 21%
- Ahorro en utillaje: 62%
- Ahorro presupuesto inicial: 62%
- Ahorro de personal en laminación, construcción de bolsa de vacío y curado: 25%
- Ahorro energético: 80%
- Ahorro total: 30%

*Estudio realizado para 10.000 piezas durante un año.

Como puede observarse el ahorro en costes es notable, y puede considerarse, siempre que las propiedades del producto sean comparables. Por tanto, en este proyecto se justificará, si las propiedades mecánicas y fisicoquímicas son semejantes en el caso de curado fuera y dentro de autoclave, para un material preimpregnado ideado para ser curado fuera de autoclave.

1.3 Objetivos

El principal objetivo de este proyecto de investigación es comparar las propiedades que se obtienen en los especímenes fabricados a través de dos procesos diferentes de curado (en autoclave y en estufa), analizando la influencia del método de curado, en el porcentaje de volumen de huecos y el comportamiento mecánico del producto final.

Actualmente el curado de los materiales preimpregnados se realiza en autoclave, por lo tanto, se intentará aportar datos de las propiedades que adopta el nuevo material que se va a someter a estudio, al ser polimerizado dentro y fuera de autoclave a través de estudios térmicos y mecánicos, donde se podrá comprobar si la opción de curado en estufa de este material da resultados comparables a los conseguidos mediante curados en autoclave.

Para la obtención de los presentes objetivos se procede a:

- Realizar un estudio de cada proceso de curado (en estufa o en autoclave).
- Fabricación de paneles mediante los dos procesos de fabricación propuestos.
- Caracterización fisicoquímica del material mediante el ensayo de calorimetría diferencial de barrido y volumen de huecos.
- Caracterización mecánica del material mediante ensayo de tracción y resistencia a cortadura interlaminar.

2 Estado del arte

2.1 Materiales compuestos

2.1.1 Introducción a los materiales compuestos

Los materiales compuestos, también denominados composites, son una combinación de materiales que difieren en su composición o forma a escala macroscópica. Los constituyentes mantienen su entidad en el compuesto, es decir, ni se disuelven, ni funden entre ellos, aunque funcionen conjuntamente. Los componentes pueden identificarse físicamente y se puede comprobar una interfase definida entre ellos.

Las propiedades que adquieren los materiales compuestos son superiores a los materiales que lo conforman, llegando a adquirir, en algunos casos, propiedades completamente diferentes a las de los materiales que lo constituyen.

Generalmente los materiales compuestos constan de una fase continua o matriz, y de una fase discontinua o refuerzo. Estos presentan diferente composición y morfología según funcionalidad o propiedades que se quieran obtener.

La matriz es la encargada de proporcionar cohesión entre las fibras, transmitir las cargas aplicadas al material, protegerlo de esfuerzos mecánicos y agentes externos, además determina la temperatura de servicio del composite.

Las matrices poliméricas se dividen en dos grandes familias dependiendo de su naturaleza y procesado. Las resinas termoestables (las utilizadas en este proyecto), son las que polimerizan en el proceso de fabricación de la pieza final (epoxídicas, fenólicas, etc.), y las resinas termoplásticas las ya están polimerizadas anteriormente (PEEK, PEI, etc.).

Las fibras son las que proporcionan resistencia y rigidez al material, es decir, son las que dirigen el comportamiento mecánico del compuesto dependiendo del tipo de fibra utilizada y la orientación que se le dé.

Existen varios tipos de fibras: de carbono, de vidrio y de aramidas (kevlar). Las más utilizadas para aplicaciones estructurales son las de carbono. Las de vidrio son utilizadas principalmente para carenados y bordes de ataque. Las de kevlar en aplicaciones que se requieran alta resistencia al impacto. En este proyecto, el material se compone de fibras de carbono.

Los materiales compuestos alcanzan unas excelentes relaciones de resistencia específica-peso y rigidez-peso. Como se muestra en la Figura 2, comparando los materiales compuestos con el acero y el aluminio, se obtienen unos resultados mucho más satisfactorios en el caso de los materiales compuestos, si tenemos en cuenta las propiedades mecánicas de los materiales en relación a su peso (propiedades específicas).

Por ello, su empleo en la industria se debe fundamentalmente a la reducción de peso que supone su utilización, y la mejora de prestaciones que se obtiene utilizando dichos materiales.

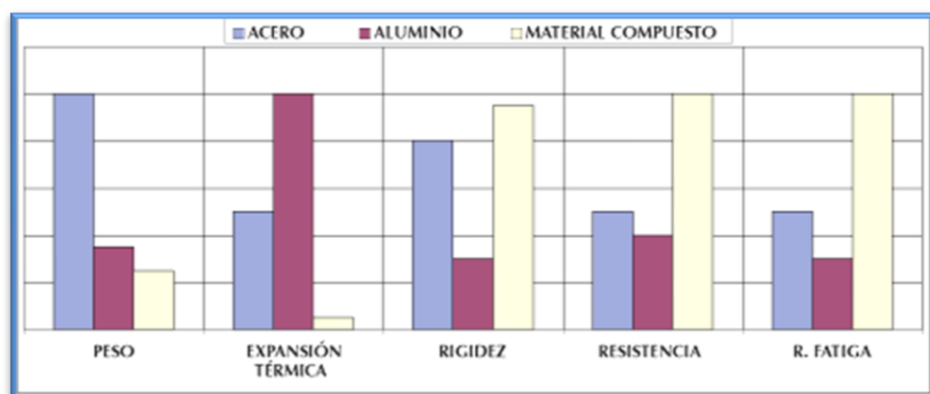


Figura 2. Comparación propiedades mecánicas del acero, aluminio y material compuesto [6]

En ciertas aplicaciones se requiere una alta rigidez específica, buena estabilidad dimensional, tolerancia a altas temperaturas, resistencia a la corrosión, ligereza y una mayor resistencia a la fatiga, y por tanto los materiales compuestos serían los adecuados para utilizarse en estas condiciones, aunque presentan una evidente desventaja si pensamos en el coste.

El campo de mayor aplicación de los materiales compuestos es en la industria aeronáutica, aunque actualmente van ganando protagonismo en muchos otros campos como por ejemplo en el sector ferroviario, automoción, construcción, medicina, industria náutica, deportes (ciclismo, golf, etc.) y electricidad.

En el caso de la industria aeronáutica, su empleo es justificable ya que la reducción de peso y la mejora de prestaciones en los aviones, disminuyen considerablemente el gasto de combustible. Como ejemplo, la sustitución de materiales tradicionales, aleaciones de aluminio, por compuestos de matriz polimérica, favorece un ahorro de energía y de dinero importante. Se estima que la reducción de 1 kg de peso al sustituir un metal por un composite, se traduce en un ahorro de 120 l de combustible al año, que significa alargar en una milla náutica (casi 2 km) la autonomía de un avión comercial [6].

2.1.2 Ventajas de los materiales compuestos

Los materiales compuestos presentan numerosas ventajas dada su versatilidad. Cuando se considera el módulo elástico y tensión máxima soportada específicas, se puede comprobar la reducción de peso que implican en su aplicación estructural, lo que hace sumamente necesario el uso de dichos materiales.

Estos materiales presentan una excelente relación resistencia-peso, tomando como resistencia la capacidad del material a resistir esfuerzos y fuerzas aplicadas sin romperse. Otra relación favorable en el caso de los materiales compuestos es la relación rigidez-peso, tomando como rigidez de una material a la carga que tiene a soportar esfuerzos sin adquirir grandes deformaciones.

La reducción de peso, supone una disminución de consumo en el caso de aviones o en deportes de élite, como la fórmula 1, y una disminución de material estructural, como por ejemplo, en el caso de palas de generadores eólicos, ya que dadas sus grandes dimensiones, se facilita la sujeción de las palas en la pérgola del aerogenerador.

Los materiales compuestos adquieren las propiedades de los materiales que lo componen, e incluso son mejorables en su unión. Esto supone una gran ventaja frente a otros materiales. También es relevante la opción de darles las propiedades mecánicas requeridas según las direcciones que se den a las fibras en la fabricación del material.

Derivada de esta ventaja, es importante tener en cuenta que es posible obtener perfiles y partes complejas con doble curvatura con acabado superficial liso, siendo éste un factor importante cuando la aerodinámica y la reducción de carga tienen un papel significativo, como por ejemplo en la fabricación de aviones de combate.

Otro punto a tener en cuenta a la hora de fabricar, es la forma de unión de piezas, ya que puede suponer una reducción de componentes en la pieza final. Los materiales compuestos tienen la posibilidad de adaptación a superficies complejas, por tanto, es posible reducir el número de elementos necesarios para la unión.

En los casos que no cabe la posibilidad de fabricar una única pieza y se necesitan unir varias, los materiales compuestos pueden acoplarse tanto mecánicamente, con remaches, adhesivamente mediante adhesivos, o curando las piezas unidas. Esto da una versatilidad importante a la hora de buscar la mejor opción según los problemas que se planteen, al igual de proporcionar una gran estabilidad dimensional.

Los materiales compuestos son capaces de ser sometidos a cambios de temperatura y a humedad sin perder su forma, aunque si pueden variar sus propiedades. En el caso de la fibra no se verían alteradas, pero si en el caso de la resina, por lo que es importante conocer la temperatura de servicio a la que va a trabajar el material. Este factor es importante cuando necesitamos materiales para aplicaciones en las que el material va a estar expuesto a diferentes temperaturas, presiones y ambientes de humedad, como por ejemplo aviones en su ciclo de vuelo.

2.1.3 Inconvenientes de los materiales compuestos

La principal desventaja de los materiales compuestos es su elevado coste. El material, su fabricación y el mantenimiento de los equipos necesarios para su elaboración encarecen notablemente el producto final. Este factor es cada vez menos importante porque se están buscando nuevas vías de fabricación y automatización de los procesos, como por ejemplo el objetivo de este proyecto.

Los métodos de fabricación de los materiales compuestos son programas poco automatizados, y por tanto, para garantizar la buena calidad de producto, se han de realizar costosos programas de evaluación, calificación y certificación estructural.

Un factor a tener en cuenta en la fabricación de estos materiales es diseñar cuidadosamente la distribución de fibras en la realización de la pieza y la aplicación de las cargas que va a tener, ya que las propiedades mecánicas del material sólo se presentan en la dirección paralela de las fibras.

Actualmente se encuentra en estudio el comportamiento ante impacto de los materiales compuestos. Diferentes tesis [7] y estudios [8], indican que tiene baja resistencia al impacto, y no es fácilmente mejorable por lo que sería una desventaja a tener en cuenta.

En el uso de los materiales compuestos expuestos a posibles sobretensiones de tipo rayo, debe ser controlada con la colocación de protecciones adicionales. La fibra de carbono es conductora en la dirección de las fibras, pero la resina de la matriz del compuesto es altamente resistiva, por tanto, en caso de que la pieza de material compuesto adquiera una diferencia de potencial, puede producirse una sobre tensión en algún punto, y por tanto es importante la colocación de mallados metálicos, habitualmente de cobre, que dispersen la corriente recibida por toda la superficie hasta masa, con el fin de y evitar los problemas que pudieran surgir de la sobretensión. La colocación de esta malla metálica encarece y complejiza la fabricación del material compuesto en algunos casos.

Por último, marcar que la manipulación de los materiales compuestos debe ser cuidadosa, ya que el polvo que expiden cuando son cortados en caso de inhalación puede ser peligroso para el trabajador que esté llevando a cabo la operación, por lo que es importante trabajar con dichos materiales bajo todas las normas de seguridad que se requieran. De igual manera, su reciclado debe llevarse según la normativa que lo indica, con el fin de evitar posibles contaminaciones ambientales [6],[9].

2.1.4 Defectología típica de los materiales compuestos

Los problemas que presentan los materiales compuestos son los defectos que aparecen en ellos, por tanto es muy importante tener en cuenta los que se pueden dar, y en qué situaciones.

Existen diferentes tipos de defectos de que se pueden encontrar en los materiales compuestos con matriz polimérica, los más comunes son los siguientes:

- **Delaminación:** ocurre cuando dos telas contiguas se separan. Se puede dar una separación simple, múltiple y a distintas profundidades. En el ejemplo de la Figura 3 se puede ver la falta de unión entre las capas sucesivas, dejando un hueco entre ellas que variará las propiedades de la pieza en la que se dé. Este tipo de defectos suelen darse debidos a impactos durante el manejo o apilado de los laminados [6].

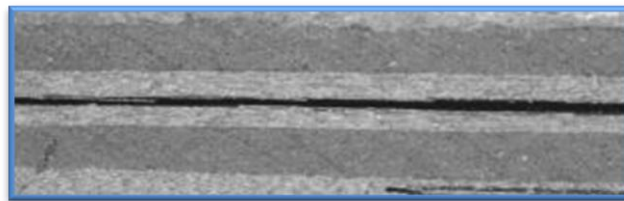


Figura 3. Delaminación entre capas

- **Inclusión:** Este defecto viene dado por la presencia interlaminar de un material auxiliar que se queda en la pieza durante su fabricación. En general, procede de algunas de las láminas plásticas con las que vienen protegidos los tejidos. En la Figura 4, se ve un objeto extraño incluido en un tono más oscuro que el resto del laminado [6].

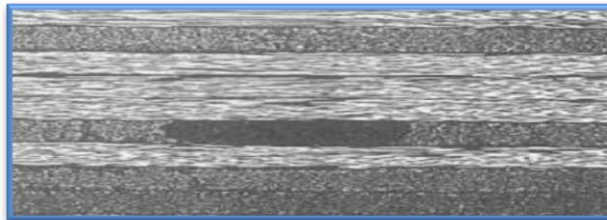


Figura 4. Inclusión

- **Porosidad:** Tiene lugar cuando el material acumula huecos en su interior. Se pueden distinguir cuatro tipos de porosidad [6]:
 - a) Uniformemente distribuida, que se caracteriza por aparecer en distintas láminas y es producida por una mala compactación entre capas. Se puede observar un ejemplo en la Figura 5.

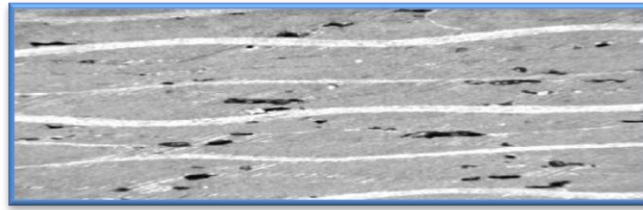


Figura 5. Porosidad distribuida

- b) Otra posible porosidad es la que aparece en una única capa, en la que se producen una acumulación de pequeñas discontinuidades, muy próximas entre sí, cuyo origen suele estar asociado al movimiento relativo entre dos capas consecutivas cuando ya se ha empezado el proceso de curado y no queda suficiente resina en la pieza como para rellenar los espacios que hay entre ellas.
- c) En el caso de tener porosidad interlaminar se caracteriza por tener poros alineados en la misma capa debido a problemas de contaminación. Como se puede comprobar en la Figura 6 los poros aparecen de forma continua entre los laminados.

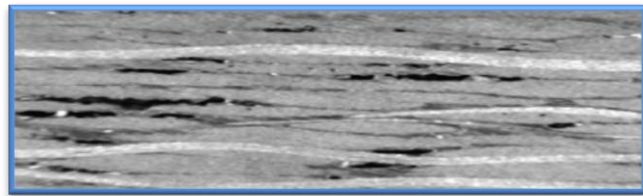


Figura 6. Porosidad interlaminar

- d) Por último, puede aparecer porosidad en toda la pieza debido a una escasa presión durante el proceso de curado. En este caso, toda la pieza queda inservible, ya que no pasaría ningún control de calidad debido a la alta porosidad.

Este tema es importante y se trata en este proyecto, ya que dentro de la comparación que se va a realizar entre las piezas curadas fuera y dentro de autoclave, es de suma importancia comprobar, si se consigue realizar una buena compactación curando el material en estufa (sin presión) y que los resultados sean comparables con los dados curándolo dentro de autoclave. La porosidad indica el volumen de huecos que existe en los paneles, que para encontrarse dentro de la norma tiene que ser menor a un 2%.

- Huecos planos: sucede cuando existen discontinuidades aisladas con geometría de caras planas [6].

2.2 Fibra de carbono

2.2.1 Introducción de la fibra de carbono

La fibra de carbono está compuesta por muchas fibras que se presentan en forma de hebras o hilos. Existen muchas clases de fibra de carbono con propiedades diversas, adaptadas a distintas aplicaciones. En la Figura 7 se muestra una imagen tomada por microscopía electrónica de barrido (SEM) de una fibra de carbono. Éstas tienen una forma cilíndrica alargada como puede comprobarse.

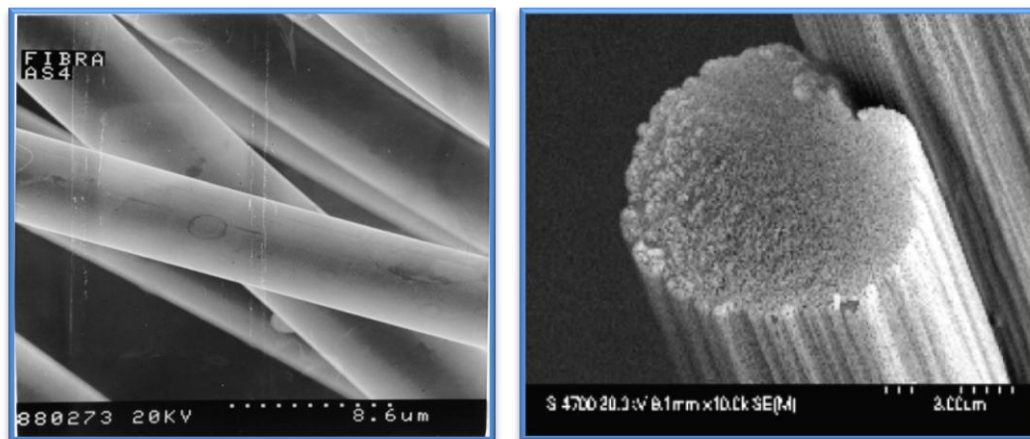


Figura 7. Imágenes por SEM fibra de carbono

El primer uso de la fibra de carbono se le atribuye a Thomas Edison. Fue utilizado para la carbonización de las fibras de algodón y de bambú utilizadas en los filamentos de las lámparas incandescentes [10]. A finales de la década de los 50, comenzaron a utilizarse para la fabricación de cohetes [11]. Union Carbide en la década de los 60, comenzó a utilizar una tela de rayón carbonizada. Se desarrolló un procedimiento industrial de obtención de fibras continuas de carbono de alto módulo de Young a partir de fibras de rayón [12].

En la década de los 70 la relación aplicaciones-precio mejoró considerablemente y de ahí que la industria se centrara en la evaluación de varios precursores (materia prima con la que se fabrican) [13]. Donnet y Bansal, presentaron el estudio que habían realizado de la utilización para diversos precursores, como por ejemplo, los fenólicos, aramidas, polímeros de vinilo, materiales celulósicos, y por supuesto el poliacrilonitrilo (PAN) [14].

En 1980, la demanda de fibra de carbono ascendía a las 1000 Tm, siendo principalmente el uso la industria aeronáutica. A mediados de la década de los 90, se hace rentable el precursor de PAN con fibra de carbono, que la compañía Zoltek y Fortafil promovieron para aplicaciones comerciales, lo que hizo ampliar sus aplicaciones en otros campos [2]. En el año 1997, el 100% de la fibra de carbono se repartía entre la industria aeronáutica, la de deporte de élite y las aplicaciones industriales [15].

Actualmente la fibra de carbono es desarrollada principalmente para ser aplicada en la industria aeronáutica y aeroespacial, pero gracias a la disminución de coste y al gran desarrollo obtenido del producto, se está aplicando en numerosos campos mucho menos selectivos de los que antes se utilizaba, como por ejemplo en la industria del automóvil, en la producción del papel o en plataformas de petrolíferas [14],[16],[17].

En la Figura 8 se puede ver la evolución de la demanda en el consumo de fibra de carbono en la última década según estudios realizados por el Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial (INTA).

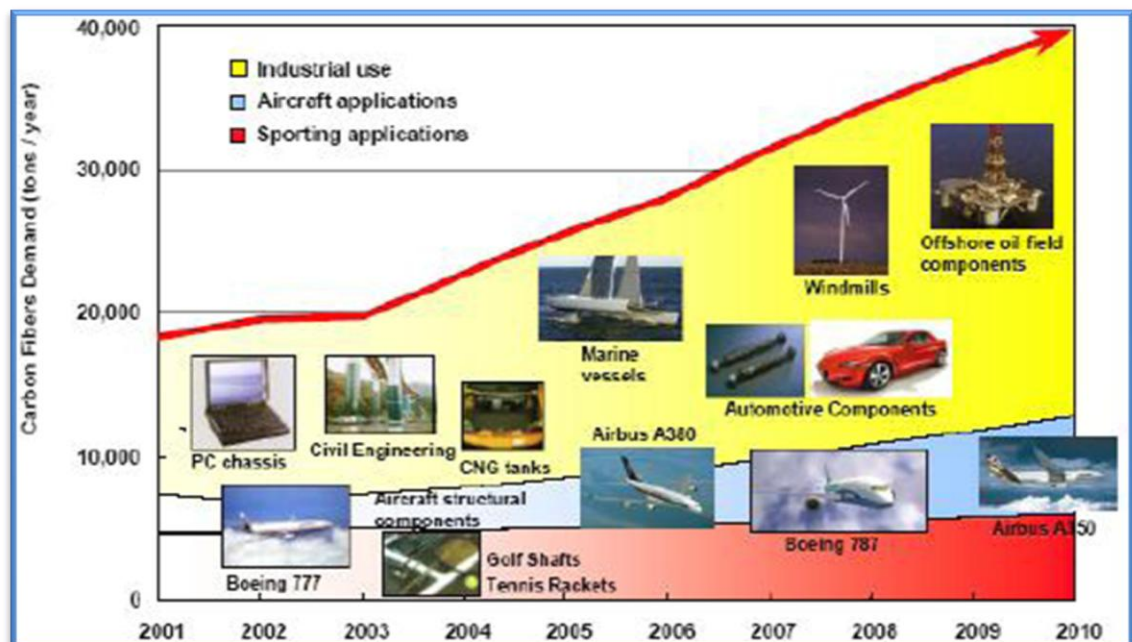


Figura 8. Evolución de aplicaciones de la fibra de carbono en la última década

2.2.2 Clasificación de la fibra de carbono

Las fibras de carbono se pueden clasificar atendiendo a diferentes criterios como son sus propiedades mecánicas, la temperatura del tratamiento térmico final al que se les somete o el tamaño del haz de filamentos o estopa.

En la Tabla 1 se puede ver la clasificación que existe según sus propiedades mecánicas:

Tabla 1. Clasificación según las propiedades mecánicas de la fibra de carbono

	UHM Ultra alto módulo elástico	HM Alto módulo elástico	IM Módulo elástico intermedio	Módulo elástico estándar y alta resistencia	LM Bajo módulo elástico
Módulo elástico a tracción	> 600 GPa	> 350 GPa	280-350 GPa	200-280 GPa	50-200 GPa
Resistencia a la tracción	> 2500 MPa	> 2500 MPa	> 3500 MPa	> 2500 MPa	> 3500 MPa

Existe una relación entre la resistencia a tracción (esfuerzo al que es sometido un cuerpo por la aplicación de dos fuerzas en sentido opuesto) y el módulo elástico (medida que relaciona la tensión y la deformación de un cuerpo). En el gráfico que se muestra en la Figura 9 se puede ver una comparativa de los diferentes tipos de fibras clasificadas en función de sus propiedades mecánicas, atendiendo a los datos expuestos en la Tabla 1.

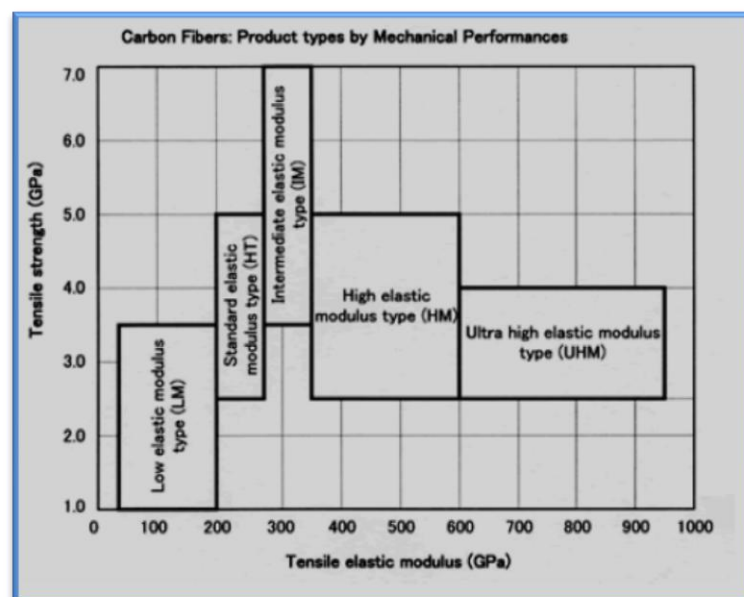


Figura 9. Comparativa de tipos de fibras en función de sus propiedades mecánicas [6]

Atendiendo a la temperatura de tratamiento térmico, las fibras de carbono se pueden clasificar de la siguiente forma:

- Tipo I o HTT (alto tratamiento térmico). La temperatura final es superior a 2000 °C y está asociada a fibras de alto módulo.
- Tipo II o ITT (tratamiento térmico intermedio). La temperatura final está alrededor de los 1500 °C y está asociada a fibras de alta resistencia.
- Tipo III o LTT (bajo tratamiento térmico). La temperatura de tratamiento es inferior a los 1000 °C, dando lugar a fibras de bajo módulo y baja resistencia.

La última clasificación que se le puede dar a las fibras de carbono se hace de acuerdo al número de filamentos o tamaño de la estopa. En la Tabla 2 se muestra la clasificación:

Tabla 2. Clasificación de las fibras de carbono según si numero de filamentos

Tipo	Módulo	Símbolo	Número filamentos	Módulo elástico medio (GPa)
Estopa convencional	Estándar	3K	3000	230
		6K	6000	
		12K	12000	
		24K	24000	
	Intermedio	6K	6000	300
		12K	12000	
		24K	24000	
	Alto	6K	6000	350
		12K	12000	
		24K	24000	
Estopa gruesa	Estándar	45K	45000	230
		48K	48000	
		80K	80000	

2.2.3 Propiedades y características de la fibra de carbono

Las principales características de las fibras de carbono son su alto módulo específico, su inercia a la humedad y la buena resistencia a disolventes orgánicos que poseen.

Además tienen una alta resistencia específica, siendo su resistencia superior al acero entre 2 y 8 veces, y su densidad 4 veces menor.

Otras características de las fibras de carbono son su alta resistencia a la corrosión y al fuego, su inercia química y su alta conductividad eléctrica. Además las fibras de carbono tienen un buen comportamiento ante las variaciones de temperatura, ya que conservan su forma inicial gracias a su bajo coeficiente de dilatación térmica.

Según la orientación y disposición de las fibras, se pueden obtener diferentes propiedades y características, esto se conoce con el nombre de anisotropía. De esta forma se pueden diseñar piezas con las características que se requieran en cada ocasión determinando la orientación de las fibras y optimizando la distribución de los esfuerzos. Se colocan en capas o láminas superpuestas obteniendo estructuras llamadas laminados.

Las fibras se combinan entrecruzándose con dirección longitudinal (0°) y perpendicular (90°), lo llamado trama y urdimbre. Son fabricados en seco para su posterior impregnación de resina. A este resultado se le llama tejidos o laminados planos.

Hay numerosas posibilidades de fabricación de tejidos, según direcciones y tipos de entrecruzamiento, pero las más utilizadas son las que se muestran en la Figura 10.

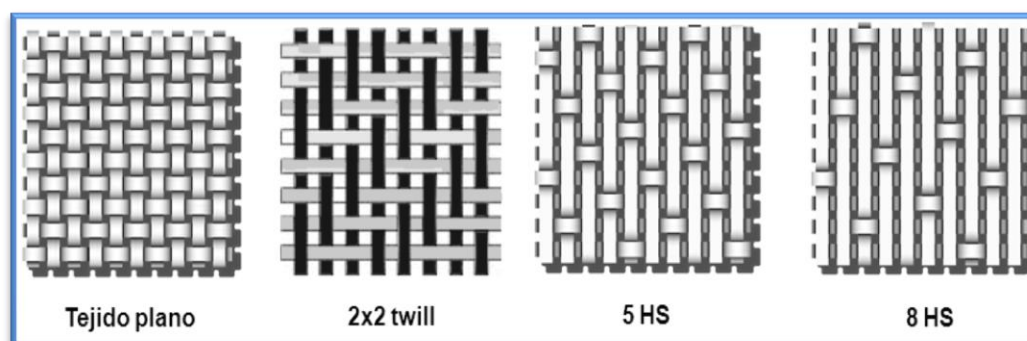


Figura 10. Tipos de tejidos [6]

Los fabricantes proporcionan gráficas comparando las propiedades que presentan las fibras frente a los materiales metálicos en cuanto a rigidez y dureza. Esta comparación puede ser injusta, ya que la fibra no podría trabajar aisladamente bajo cargas de tensión en varias direcciones. De hecho los composites tienen unas altas prestaciones mecánicas en dirección a las fibras, pero bajas si consideramos la dirección trasversal de estas.

A diferencia de los metales, que siempre presentan propiedades mecánicas similares en todas las direcciones.

Un tejido plano de fibra laminado de bajo módulo (LM), tiene un módulo elástico casi idéntico al de una aleación de aluminio (70 GPa). Cuando tenemos fibras de módulo alto o ultra alto (HM o UHM), los módulos específicos que encontramos en las fibras son considerablemente mayores (sobre un 30% mayores, aproximadamente 230 GPa).

Esto puede parecer una ventaja, pero no es así, ya que para conseguir unas propiedades determinadas en distintas direcciones intentando parecerse a los materiales metálicos, se ha de proceder a la fabricación de laminados donde la dureza y la rigidez del producto multidireccional disminuye con respecto a las propiedades que puede presentar un material unidireccional [6].

2.2.4 Fabricación de la fibra de carbono

La materia prima usada para fabricar la fibra de carbono es llamada precursor. Cerca del 90% de la fibra de carbono producida son fabricadas de PAN. El 10% restante están compuestos de rayón o brea de petróleo. Todos estos materiales son polímeros orgánicos que se caracterizan por largas cadenas de moléculas unidas entre sí por átomos de carbono. La composición exacta de cada precursor varía según el fabricante, siendo este factor secreto comercial.

El proceso de fabricación más común de la fibra de carbono consta de 4 partes diferenciadas y se puede ajustar al siguiente esquema:

- Oxidación bajo tensión a 200-300°C.
- Carbonización en atmósfera inerte entre 1000-1700°C.
- Grafitización en atmósfera inerte entre 1700-3000°C.
- Tratamiento superficial de la fibra.

En el siguiente gráfico (Figura 11) se muestra como se realiza el proceso de fabricación de forma esquematizada.

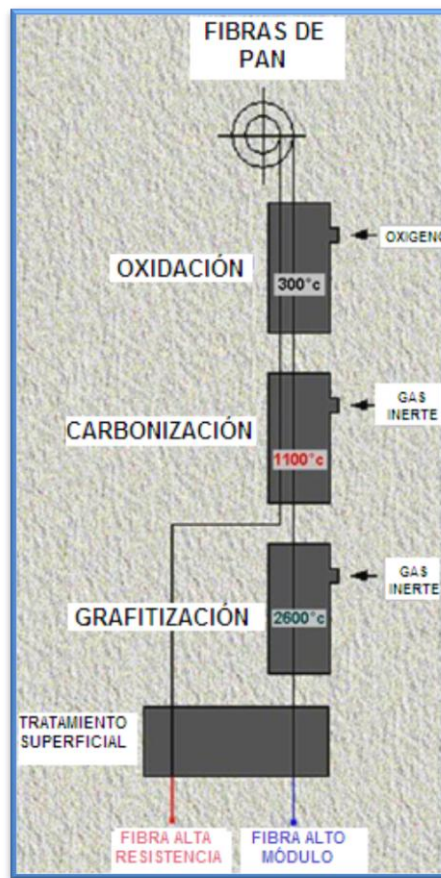


Figura 11. Procesado de la fibra de carbono [6]

Las temperaturas a las que se fabrica, también hacen variar las propiedades mecánicas de las fibras de carbono. La resistencia aumenta rápidamente hasta llegar a una temperatura de unos 1600°C . A partir de ese punto comienza a disminuir hasta su estabilización a unos 2400°C , como se puede ver en la Figura 12 [6].

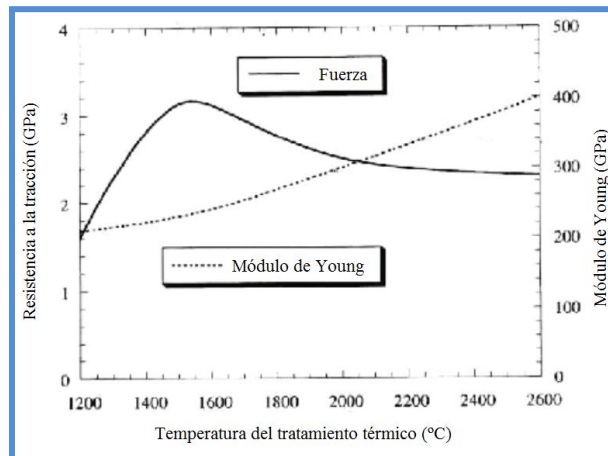


Figura 12. Efecto de la temperatura de fabricación en las propiedades mecánicas [6]

2.3 Resinas epoxídicas termoeestables

2.3.1 Introducción a las resinas epoxídicas termoeestables

Las resinas termoeestables son aquellas que se curan durante el proceso de fabricación de la pieza final, ya que éstas cambian irreversiblemente bajo la influencia del calor, de la luz, de agentes fotoquímicos y/o de agentes químicos.

Dentro de la familia de resinas termoeestables, las más utilizadas son las resinas epoxídicas y las fenólicas, aunque también existen otro tipo de resinas como la bismaleimida y la de poliéster.

Las resinas epoxídicas son las formadas por moléculas que contienen al menos dos grupos reactivos epoxi. El epoxi o poliepoxido es un polímero termoestable que cura cuando se mezcla con un agente catalizador o endurecedor. La molécula de epóxido consta de un átomo de oxígeno enlazado con dos átomos de carbono. Estas uniones pueden observarse en la Figura 13.

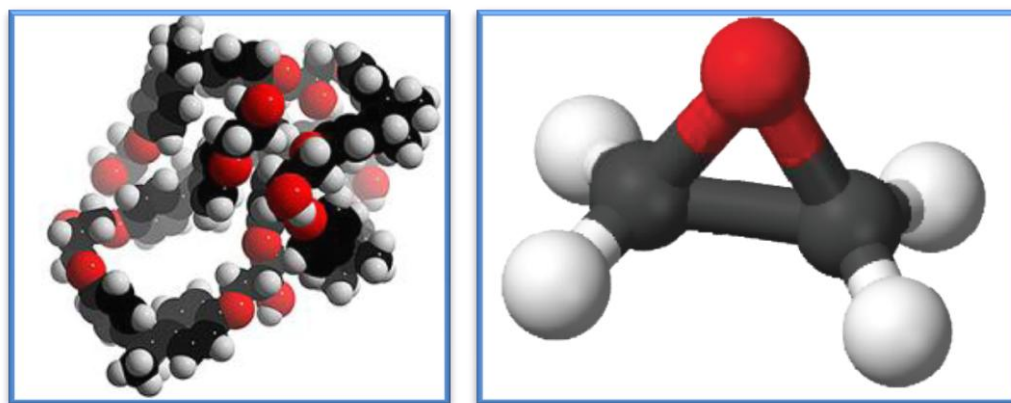


Figura 13. A) Polimerización de una resina epoxi B) Molécula de epóxido

El típico procesado de una resina termoestable es el siguiente:

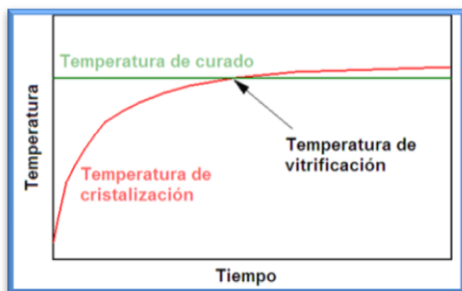


Figura 14. Procesado típico de un termoestable [18]

Primeramente la resina está sin curar, es decir baja T_g (temperatura de transición vítrea, temperatura a la que el sólido comienza a pasar de ser rígido a ablandarse). Los materiales termoestables reforzados con fibras, en su formato de preimpregnados, tienen una baja T_g , entre -5 y -10°C en su estado fresco.

Cuando la sometemos a la temperatura de curado (T_c (temperatura a la que empieza el curado del material), inicialmente es un líquido.

La T_g va aumentando con el curado hasta que alcanza a la T_c , el material se convierte en un sólido vítreo.

En este caso el curado progresa muy lentamente o incluso puede llegar a pararse [18].

Las propiedades de estas resinas varían dependiendo de la resina base, del agente de curado y de las condiciones de polimerización. Las temperaturas de curado de los sistemas epoxídicos oscilan entre 40 y 200°C en función del agente de curado utilizado.

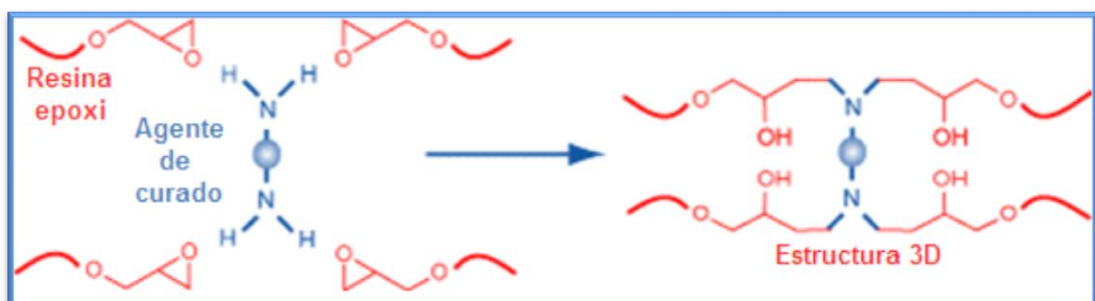


Figura 15. Ejemplo de agente de curado activo

Otra opción posible de lograr el curado es mediante catalizadores latentes que favorecen el entrecruzado sin formar parte de la macromolécula de resina curada. En la Figura 15 se muestra un ejemplo de agente de curado activo. La polimerización se produce mediante la ruptura/unión de grupos epoxi de diferentes moléculas.

Algunos agentes de curado reaccionan a temperatura ambiente con las resinas, y por lo tanto se suministran en envases separados, ya que una vez que se mezclan el tiempo de aplicación es limitado. A esta forma de comercialización se le llama “sistema de dos componentes”. Existen otro tipo de agentes de curado que requieren elevadas temperaturas para iniciar la reacción, por lo que estos se venden premezclados en un solo envase.

Las aplicaciones de las resinas epoxídicas son extensas. Son utilizadas como recubrimientos, adhesivos y matriz de materiales compuestos, sobre todo como refuerzos de fibra de carbono y de vidrio. La química de las resinas epoxi y el amplio abanico de aplicaciones comerciales, hacen que se haya podido conseguir un amplio rango de propiedades, incluso existe la posibilidad de modificarlas.

En resumen, sus propiedades y características más relevantes son las siguientes [19],[20],[21],[22]:

- Son polímeros con uno o más grupos reactivos.
- Su curado se produce mediante reacción de poliadición de una resina base con un agente de curado (aminas, anhídridos, etc.).
- Las propiedades varían dependiendo de la resina base, agente de curado, de los distintos modificadores que pueden añadirse y de las condiciones de polimerización.
- Presentan baja contracción y buena adhesión a la mayoría de las fibras.
- Son bastante resistentes a disolventes, ácidos y álcalis.
- Buenas propiedades mecánicas en general, la temperatura de servicio puede variar entre 60-150°C.
- Gran versatilidad en el curado, dependiendo del tipo de catalizador y endurecedor (las más utilizadas en la fabricación con materiales compuestos son las de curado a 120°C y curado a 180°C).
- Son las más utilizadas en aplicaciones estructurales.

2.3.2 Ventajas e inconvenientes de las resinas epoxídicas termoeestables

Las resinas son aquellas que aportan la cohesión entre las fibras o refuerzos en los materiales compuestos, por tanto su papel es importante para conocer el comportamiento de éstos.

Éstas son las encargadas de proteger el material de agentes externos ya que poseen una buena resistencia química, aun siendo conveniente revisar el producto cuando ha sido expuesto a un agente de este tipo.

Como se ha comentado, las resinas termoeestables pueden comercializarse mezcladas con su catalizador o de forma independiente. En el primer caso, hay que tener en cuenta que estas resinas comienzan a reaccionar (curar) a temperatura ambiente, por tanto su uso deber ser controlado, ya que la esperanza de vida de este tipo de resinas es limitada por ello deben tenerse almacenadas en un ambiente refrigerado (-18°C) para evitar que comience su polimerización antes de su aplicación.

En el caso de las resinas que se venden por separado del catalizador, es más fácil su logística, ya que podrían mantenerse a temperatura ambiente el tiempo ilimitado, sin que comenzara el curado del material, pero no su manipulación, ya que el proceso de mezclado debe hacerse bajo unas condiciones determinadas.

Teniendo en cuenta las propiedades mecánicas de las resinas epoxídicas termoeestables, se puede notar que éstas presentan resistencias bajas. Poseen poca dureza, pero no se considera problema en el caso de los materiales compuestos, ya que al unirla con el refuerzo de las fibras, mejora notablemente dicho comportamiento. Por tanto, las resinas dentro del compuesto toman el papel de proporcionar la cohesión entre las fibras, pero no aportan la dureza del material [6].

2.4 Preimpregnados

2.4.1 Introducción a preimpregnados

Las fibras de carbono se pueden encontrar como fibras secas a las que posteriormente se les aplica la inyección de resina para proceder a su curado, o como fibras preimpregnadas o prepregs.

Los materiales preimpregnados consisten en refuerzos impregnados con una resina termoestable o termoplástica, en fase inicial de curado. En el caso de las resinas termoestables, su almacenamiento requiere temperaturas muy bajas (-18°C), haciendo su tiempo de vida limitado. Los ciclos de procesado se realizan con alta temperatura y presión, siendo la forma más sencilla de fabricación de los materiales.

Su forma de fabricación más común es un apilamiento, que se puede realizar tanto manualmente (*hand lay up*) como automático (ATL y FP), y el curado se realiza en autoclave, aplicando tanto temperatura como presión. Es la forma de fabricación más sencilla de materiales compuestos [6],[16].

2.4.2 Proceso de impregnación de las fibras

El proceso de impregnación está totalmente optimizado, se controlan estrictamente todos los parámetros de procesado (viscosidad, temperatura, tensión de los hilos o tejidos, espesores de la película de resina, etc.) que van a influir en la calidad final del material.

Existen dos procesos de fabricación de preimpregnados; proceso por fusión en caliente (*hot melt*) y proceso de impregnación por disolución (*solvent*).

Como se puede ver en la Figura 16, se muestra el proceso de fusión en caliente, donde el refuerzo se impregna mediante una película de resina soportada en uno o dos papeles portadores. Mediante este proceso se pueden impregnar tanto cintas como tejidos.

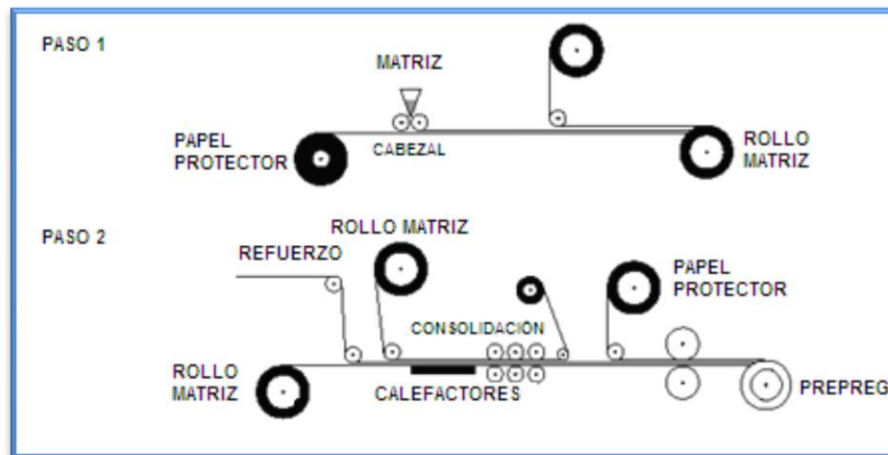


Figura 16. Proceso por fusión en caliente

En el proceso de impregnación por disolución, como se ve en la Figura 17, el refuerzo se impregna en la resina al pasar por un baño donde se encuentra la resina en disolución con un disolvente en unas condiciones de temperatura determinadas. Mediante este proceso sólo se impregnan tejidos.

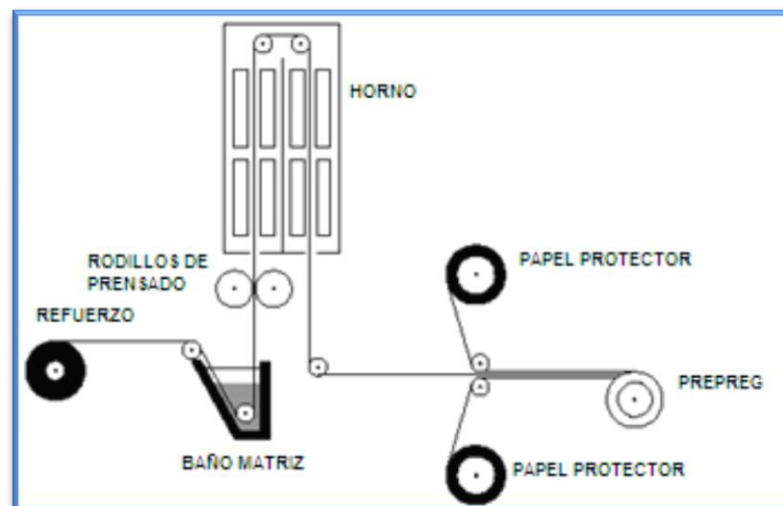


Figura 17. Impregnación con mezcla de resina y disolvente (*solvent*)

2.4.3 Clasificación y defectología de fibras preimpregnadas

Como ya se ha comentado, los materiales de fibra de carbono, tanto preimpregnados como en el caso de los secos, pueden presentarse en dos tipos de refuerzo, en forma de cintas unidireccionales o en forma de tejidos. En la Figura 18, se puede ver un esquema de una cinta unidireccional y otro de un tejido bidireccional.

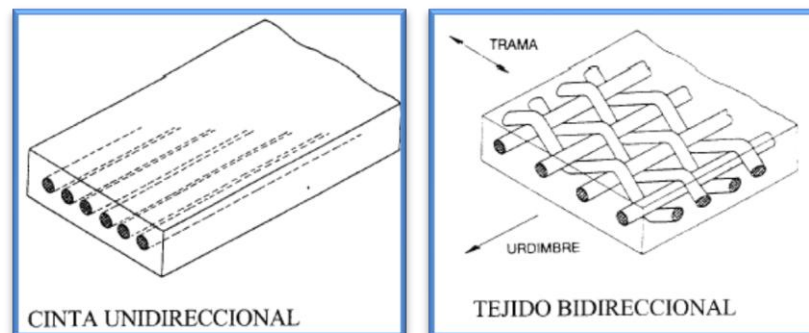


Figura 18. Esquema cinta unidireccional y tejido

Las cintas unidireccionales consisten en una serie de hebras de fibras continuas orientadas en una sola dirección. Cada hilo está constituido por un número determinado de filamentos (en el caso de la fibra de carbono puede variar entre 1000 y 24000 filamentos). Se pueden suministrar en forma de rollos por pesos y anchuras variables.

Las propiedades mecánicas en las cintas unidireccionales, van en función de la dirección de la fibra, obteniéndose propiedades muy altas, siempre que tome esta dirección. Debido a la rigidez de la fibra son difíciles de manejar en estructuras con formas geométricas complicadas.

Los tejidos son el resultado de entrelazar hilos en dos direcciones perpendiculares (trama y urdimbre). Cada hilo, al igual que en las cintas unidireccionales, está construido por un número determinado de filamentos. Se suministran en forma de rollos por peso y anchuras variables.

Las propiedades mecánicas en este caso, vienen dirigidas principalmente por las direcciones de trama y urdimbre, de forma que en general, tienen propiedades más bajas que las cintas en dirección de la fibra, pero son más fáciles de manejar y de trabajar, sobre todo en estructuras complejas con curvaturas.

Existen defectologías propias de los materiales preimpregnados. En la Figura 19 se muestran los más comunes.



Figura 19. Defectologías típicas de los preimpregnados

2.5 Métodos de fabricación y procesado de materiales compuestos

La elección de un tipo de proceso se realiza teniendo en cuenta factores económicos, logísticos, ingenieriles, etc.

Como se ha podido observar en la Figura 1 donde se muestra la estructura primaria de un avión comercial, hay diferentes procesos de fabricación destinados a este tipo de estructuras. Los métodos más utilizados para este caso son los correspondientes a RTM (material en fibra seca) y ATL o FP (material preimpregnado), más un curado en autoclave.

Hay diferentes formas de clasificar los procesos de fabricación de los materiales compuestos; según el material, el tipo de refuerzo, la forma de curado, etc. A continuación se dará una posible ordenación que atiende al tipo material semielaborado que se utilice: fibra seca a la que se procederá a la inyección de resina o material preimpregnado al que se le someterá a un posterior curado en autoclave.

Fibra seca

Son procesos en que los apilados de fibra de carbono se hacen con fibra seca, procediendo en un segundo paso a la impregnación con resina. Los apilados se hacen de forma manual, con estructura de tejido o de cinta unidireccional.

Son procesos de inyección que pueden utilizarse tanto en moldes cerrados como abiertos más una bolsa de vacío. En la Figura 20 se puede ver el esquema de una bolsa de vacío para realizar infusiones de resina. La diferencia de las bolsas de vacío para curado es que se le añade un tejido con pequeños agujeros por donde fluirá la resina gracias a la aplicación de vacío actuando como distribuidor, para ir impregnando todas las fibras secas que componen el laminado.

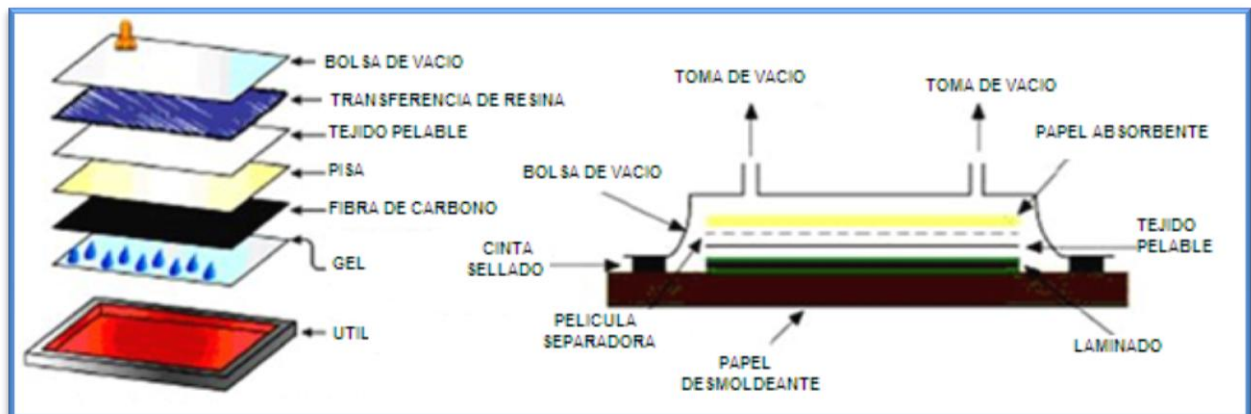


Figura 20. Configuración bolsa de vacío para impregnado de resinas [6]

Las resinas utilizadas en estos procesos requieren un nivel bajo de viscosidad para asegurar la penetración e impregnación de las fibras. Esto impide el uso de aditivos empleados habitualmente para mejorar determinadas propiedades mecánicas.

Existen diferentes tipos para realizar esta práctica: moldeo por transferencia de resinas (RTM), infusión de la resina en forma de film (RFI), e infusión en húmedo (RLI).



Figura 21. Maquinaria RTM para paneles planos

El proceso de RTM también conocido como moldeo por inyección de resinas (RIM), se puede emplear en la mayoría de los refuerzos estándar, con fibra de vidrio, de carbono y de aramida. De igual manera, la mayoría de las resinas termoestables empleadas en la industria de los materiales compuestos se pueden usar en RTM, pero su viscosidad debe ser lo suficientemente baja para que las fibras se mojen fácilmente. Las resinas también deben tener un tiempo de reacción relativamente lento (2 h), de manera que el mojado pueda favorecerse antes de que la resina alcance el estado gel. El poliéster y epoxi son las resinas más comunes.

El producto final es de muy buena calidad, tiene una gran tolerancia dimensional, y el volumen de huecos que se consigue es menor del 1%, por tanto, esta forma de procesado, será muy utilizada para fabricación de piezas de estructura primaria de aviones.

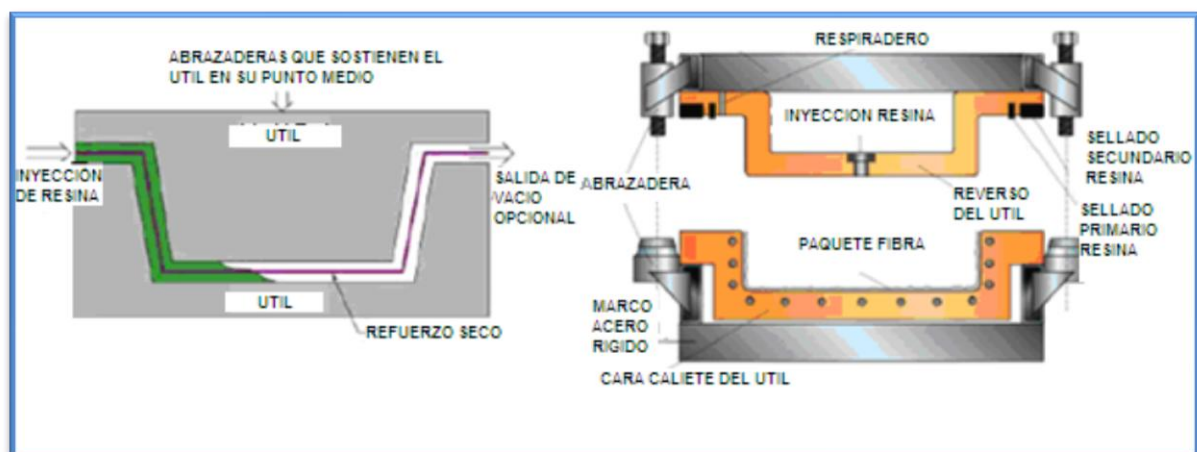


Figura 22. Esquema proceso RTM [6]

En el proceso de infusión (*Resin Film Infusion*, RFI); la resina se presenta en forma de film. Esta lámina se coloca parte del laminado, juntos con la fibra seca. Al aplicar calor y presión la resina difunde por la fibra seca, hasta impregnarla completamente. Este proceso puede realizarse en autoclave, pero normalmente se realiza en estufa, ya que con calor y vacío pueden obtenerse los resultados esperados.

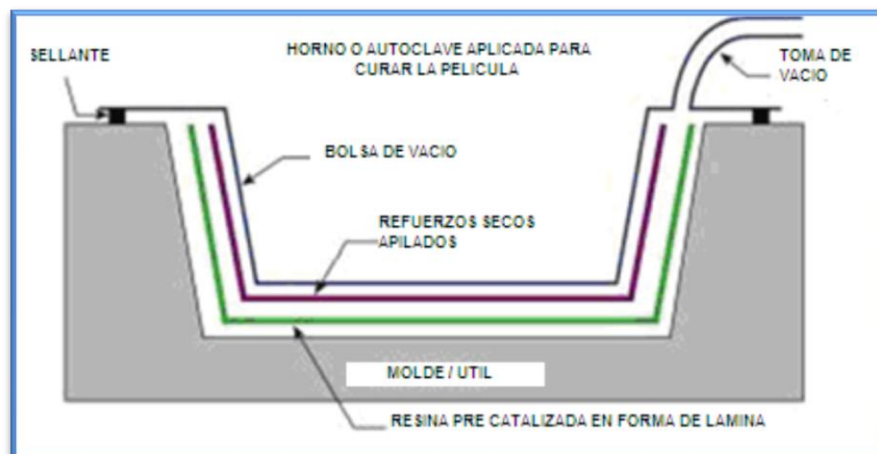


Figura 23. Esquema del proceso RFI [6]

La infusión en húmedo (RLI) consiste en un molde cerrado que se carga con una preforma de material reforzado a la que se inyecta la resina. El molde con la preforma se somete a vacío para extraer el aire atrapado en el refuerzo y acelerar el proceso de inyección. El material reforzado se moja por la presión de la inyección.

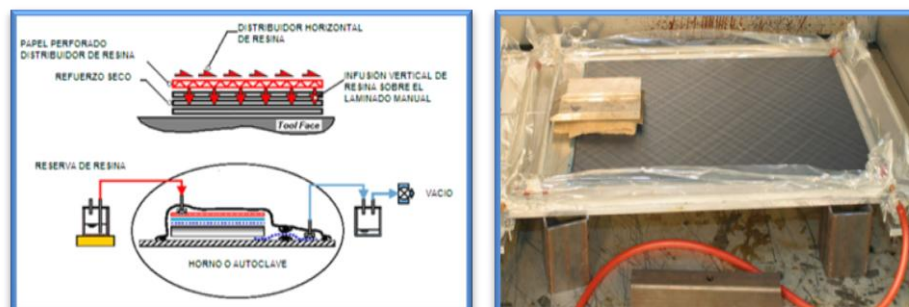


Figura 24. Proceso infusión de resina líquida [6]

En todos estos procesos se obtiene la pieza final, ya que una vez que se ha procedido a la inyección de la resina, la pieza se queda dentro de la estufa (y en ocasiones autoclave), hasta que la resina polimeriza y alcanza el grado de curado final.



Figura 25. Estufa

Otro proceso que se hace con fibra seca, es la pultrusión, en el que las fibras de refuerzo continuas se impregnan con resinas y posteriormente se perfilan por estirado a través de una matriz, procediendo finalmente a su curado, permitiendo producir perfiles de manera continua. Para ello se alimenta una serie de cintas, tejidos o filamentos para completar la sección requerida. El conjunto se hace pasar por una boquilla con la forma final deseada, y con una parte final en que se aplica calor para completar el curado.

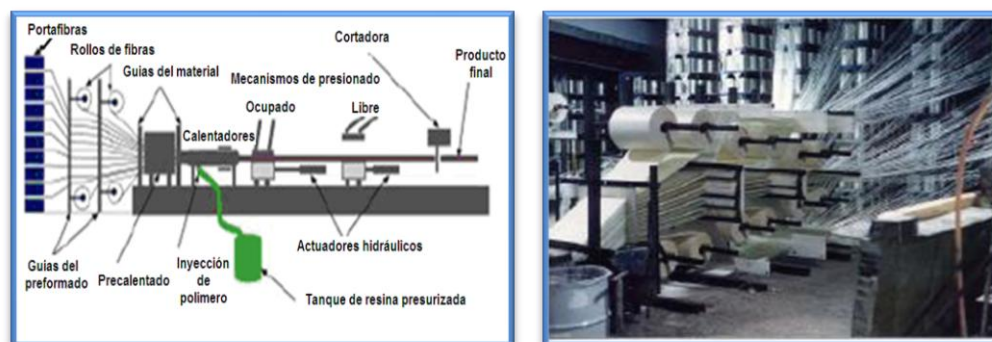


Figura 26. A) Proceso de fabricación por pultrusión. B) Maquinaria realizando pultrusión [6]

Preimpregnados

Son procesos en que los apilados de material compuesto se realizan con fibra de carbono preimpregnada. Los apilados, en este caso, se pueden hacer o de forma manual (*hand lay up*) o automáticamente.

A continuación se muestran las diferentes formas de apilado automático de los laminados:

Encintado automático (ATL): El proceso de encintado automático o *Automatic Tape Laying*, emplea máquinas de control numérico, capaces de poner cintas unidireccionales (cinta de fibra de carbono unidireccional preimpregnada en epoxi con anchuras típicas de 75, 150 y 300 mm), con precisión tanto de posición como de orientación; sobre superficies planas o superficies ligeramente curvas (superficies desarrollables).

El cabezal que porta el rollo de cinta, hace los cortes necesarios y separa el soporte de papel de la cinta a la vez que la aplica con presión sobre un molde. Influyen en la velocidad de laminado la anchura de la cinta, las orientaciones, la curvatura de la superficie del molde, el número de refuerzos locales o de pequeño tamaño, etc. Es muy importante el control de separaciones y solapes entre las diferentes cintas [16].

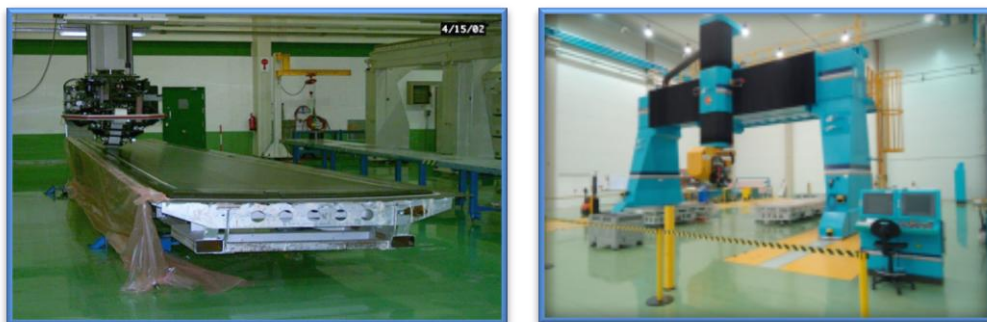


Figura 27. Maquinaria encintado automático

Las curvaturas o cambios de pendiente en el molde, pueden provocar cambios de dirección en la cinta. Las máquinas más recientes incorporan un nuevo eje de control para poder dirigir la cinta en la dirección deseada y minimizar separaciones y solapes (*steerin*).

Una aplicación típica de este proceso consiste en la fabricación de laminados de varias capas de la cinta superpuesta con diferentes ángulos de orientación del refuerzo. Cada lámina consiste en la superposición de varias cintas a un ángulo dado. La superposición de láminas con diferente orientación de refuerzo permite obtener un laminado.

Este proceso habitualmente da lugar a la fabricación de alas, estabilizadores, alerones, flaps, etc. En definitiva perfiles con curvatura sencilla.

Posicionado de fibras (FP): La tecnología de posicionado de fibras o *fiber placement* permite la automatización de laminación de materiales compuestos. Es una tecnología que reúne las ventajas del bobinado de filamentos (*filament winding*) y ATL, resolviendo las limitaciones que tienen ambos métodos. Así es posible laminar automáticamente tanto en superficies cóncavas como convexas, cerradas o abiertas.

Ello es debido a que el material se deposita sobre la superficie del útil, siendo posible el corte y la realimentación del mismo de una forma automática. Tienen varios grados de libertad adicional a las máquinas de encintado automático. En lugar de una cinta única son capaces de controlar independientemente un gran número de cintas de pequeña anchura (3 a 6 mm).

La cinta o *tows* se depositan sobre un eje cuyo giro es controlado por la propia máquina. Con la configuración especial del rodillo compactador pueden depositar cintas sobre superficies complejas y de doble curvatura [16].

Suele ser utilizado para realizar piezas que requieren un perfil curvo, anillos, tapas de motores, fuselaje, etc. Al igual que mediante este proceso, se pueden realizar todos los que se realizan en ATL.

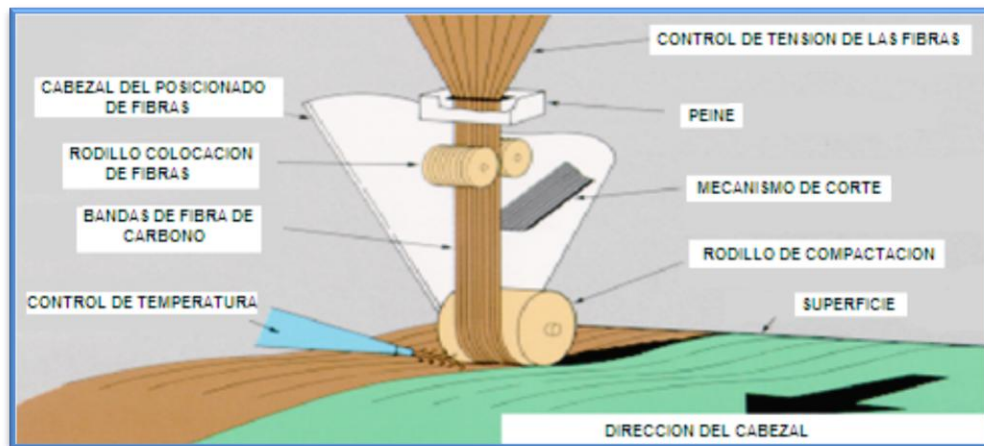


Figura 28. Procesado *Fiber Placement* [6]



Figura 29. Maquinaria *Fiber Placement*

La diferencia entre los dos procesos son las siguientes:

- En ATL, tanto el proceso como la acumulación del material, se lleva a cabo a temperatura ambiente, mientras que en el proceso de FP, el material se encuentra a 5-6°C de temperatura.
- En ATL el material se presenta en una cinta en un rodillo, y en FP, son varios rodillos con mechas que componen las tiras de material a través del cabezal por anchuras.
- La pegajosidad que se consigue con el ATL, es mejor que la que se obtiene en el caso del FP, ya que depende de la temperatura del material, y a temperatura ambiente se obtienen mejores resultados en este aspecto.
- Todos los procesos que se realizan en ATL (perfiles de curvatura sencilla), puede realizarlos la FP, pero no ocurre de igual manera en el caso contrario.

Una vez realizado el encintado de los laminados, se debe proceder al curado de estos. Normalmente después de estos procesos se realiza un curado en autoclave, que aporta temperatura para el curado a la pieza, y presión para dar calidad y compactación a la pieza, obteniendo un producto final de gran calidad.

Un autoclave es una cámara, normalmente cilíndrica, construida para soportar presiones elevadas y que lleva acoplado un sistema de calentamiento para elevar la temperatura hasta los valores que requiere el curado o el postcurado (si es necesario). La presión interna se consigue utilizando un gas o un vapor, por ejemplo aire caliente, nitrógeno o vapor de agua. Las piezas obtenidas por este procedimiento poseen menos poros internos (consiguiendo un nivel de porosidad alrededor del 2%), dando lugar a una menor penetración de la humedad y a mejores propiedades mecánicas. El resultado final es una pieza de calidad superior a la producida a través de un curado sin presión.



Figura 30. Autoclave

2.6 Presentación de la empresa

La Fundación para la Investigación, Desarrollo y Aplicación de los Materiales Compuestos (FIDAMC) es un centro privado de investigación sin ánimo de lucro que representa el Ministerio de Industria, la Comunidad de Madrid y la empresa aeronáutica europea EADS situado en Getafe cuyas instalaciones son las mostradas en la Figura 31.



Figura 31. Instalaciones de FIDAMC

Como fines fundacionales contempla mantener un alto nivel tecnológico en el desarrollo y la aplicación de los materiales compuestos y nuevos materiales aplicando tecnologías emergentes de materiales compuestos con la finalidad de conseguir su rápida aplicación industrial.

Las principales actividades de la fundación se orientan a la definición, caracterización y certificación de materiales compuestos, principalmente fibras de carbono y resinas como por ejemplo el material que se dará uso en este proyecto, un preimpregnado de fibra de carbono y matriz epoxídica termoestable.

Se están desarrollando nuevos conceptos estructurales y procesos de fabricación, con el fin de optimizar el procesado de los materiales automatizándolos, reduciendo tiempo de curado y disminuyendo el consumo energético. Una vía de investigación abierta es la de nuevos procesos de curado, en la que se encuentra este proyecto.

3 Procedimiento experimental

Como se ha comentado anteriormente, el objetivo del proyecto es realizar la caracterización de un material diseñado para curado fuera de autoclave. Éste ha sido curado tanto en estufa como en autoclave, para su posterior caracterización térmica y mecánica a través de diferentes ensayos.

El plan de ensayos a seguir es el que se indica a continuación:

- Fabricación de dos baterías de paneles de con dos tipos de refuerzo de fibra de carbono y una misma matriz termoestable.
- Curado de los paneles en estufa y en autoclave (una batería para cada método).
- Mecanizado de probetas, y realización de los ensayos fisicoquímicos y mecánicos.

3.1 Estudios previos: patentes y proyectos de investigación del sector

Se ha realizado una búsqueda de patentes, estudios y artículos existentes que tratan de buscar soluciones para evitar el uso del autoclave. A continuación se muestra una representación de los proyectos ya realizados, que ha aportado soporte para la orientación de los objetivos que se intentan alcanzar con el presente proyecto.

Patente:

- País: España

Solicitante: Airbus España S.L.

Número de publicación: 2009/0151865

Título: "Jig and out of autoclave process for manufacturing composite material structures".

Estudios:

- Título: "Out of autoclave manufacture of structural aerospace composite materials"
Autores: Michael Kaiser and Klaus Drechsler, Institut für Flugzeugbau, Universität Stuttgart, Germany Claudia Garschke and Christian Weimer, Eurocopter Deutschland GmbH, 81663 München, Germany. Bronwyn Fox, School of Engineering and Technology, Deakin University, 3217 Victoria, Australia
- Título: "Economic comparison of autoclave and quickstep processes for high volume advanced composite automotive components"
Autor: Quickstep Technologies Pty. Ltd.
- Título: "An out of autoclave innovation for advanced composite fabrication"
Autor: Quickstep Technologies Pty. Ltd.

Artículos:

- Título: "Low Cost, Low Weight Composite Structure using Out-Of-Autoclave (OOA) Technology"
Publicación: Navy SBIR / STTR.
- Título: "Inside Manufacturing: A400M Cargo Door Out of the Autoclave"
Publicación: Composites World.
- Título: "Advanced Out-of-Autoclave Composites Manufacturing"
- Publicación: Omnexus.

3.2 Plan de trabajo

3.2.1 Fabricación de los paneles

A continuación se detallan las instalaciones donde se ha realizado la fabricación de todos los especímenes de estudio del proyecto, y las características dimensionales de los mismos.

3.2.1.1 Instalaciones

La fabricación de los paneles se ha llevado a cabo en las instalaciones de FIDAMC , donde se cuenta con dos naves diferenciadas. Una corresponde al área limpia, donde se encuentra toda la maquinaria e instalaciones para realizar el apilamiento de los laminados, y un taller, donde se sitúan todas las máquinas de curado, inyección e inspección.

El trabajo de corte, laminado y compactación de los preimpregnados han sido efectuados en un área limpia, aislada, con temperatura y humedad controlada. Como se muestra en la Figura 32, existen unos requisitos específicos en el área destinado a realizar este tipo de trabajos, controlando la humedad relativa (eje ordenadas), y la temperatura (eje abscisas).

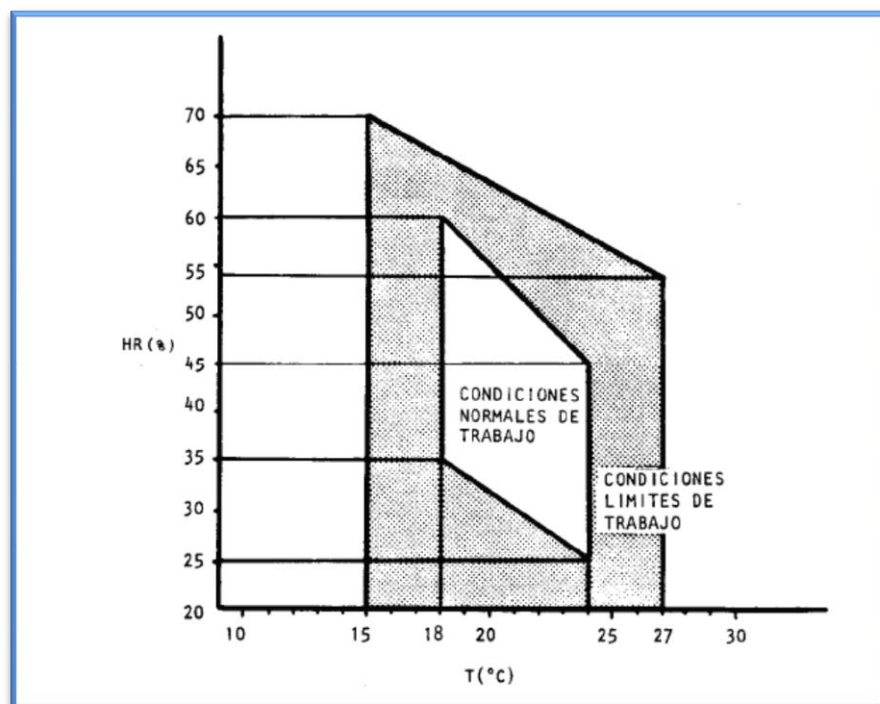


Figura 32. Especificaciones área limpia [23]

En el interior del área limpia, donde se realiza parte de la fabricación de los paneles, están rigurosamente prohibidas determinadas acciones y utilización de algunos productos, ya que pueden producirse contaminaciones procedentes del exterior. Por ejemplo, entre otras acciones prohibidas se encuentra el uso de desmoldeantes y aerosoles no permitidos, limpieza y lijado de útiles y herramientas, la utilización de maquinaria con motores lubricados o que expidan humos, etc.

En dicha área se mantiene una sobrepresión mínima de 0.5 mm de columna de agua que es controlada mediante un medidor de presión diferencial. Se dispone también un sistema de doble puerta y un sistema de filtros para controlar la concentración y el tamaño de partículas presentes en este espacio.

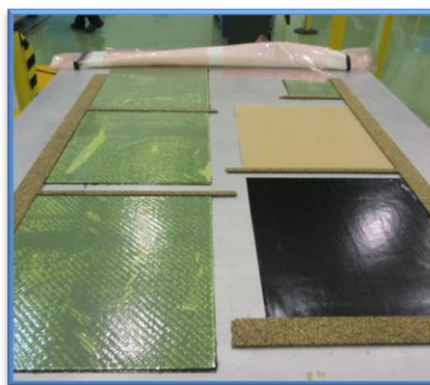


Figura 33. Proceso de laminado en zona limpia

En la otra nave se ha procedido al curado, recanteo e inspección por ultrasonidos de los paneles, así como al corte de las probetas.

El curado en autoclave se ha realizado en un autoclave de Teice CDRA-1, dimensiones útiles de 6 m de diámetros y 8 m de largo. El curado se ha efectuado según las normas EN y DIN, cumpliendo todas las especificaciones requeridas (Figura 30).

El curado en estufa se ha llevado a cabo en un horno M.T.S, de dimensiones 20x20x20, que cumple las especificaciones requeridas en las normas UNE EN 292-1 y UNE EN 292-2 (Figura 25).

La inspección de ultrasonidos se ha realizado en una máquina de pulso eco de Tecnatom y un palpador Krautkammer nº serie 01WJFY, que cumple las normativas A1083, AITM6-0011, AITM6-0016, AITM6-4010, AITM6-4005 (Figura 34).



Figura 34. Maquinaria ensayos no destructivos (Ultrasonidos)

3.2.1.2 Codificación de los paneles

Se han fabricado la mitad de los paneles de fibra de carbono con refuerzo de cinta unidireccional con matriz epoxídica, y la otra mitad con refuerzo de fibra de carbono de tejido twill 2x2 y matriz epoxídica.

Todos los paneles han sido laminados mediante el proceso de apilamiento de capas manual (*hand lay up*).

En la siguiente tabla se muestra la codificación de los paneles fabricados:

Tabla 3. Codificación de los paneles fabricados

REFERENCIA	ENSAYO	TIPO	CAPAS	CURADO
PANEL 1	ILSS	CINTA	12	ESTUFA
PANEL 2	ILSS	TEJIDO	6	ESTUFA
PANEL 3	TRACCIÓN	CINTA	12	ESTUFA
PANEL 4	TRACCIÓN	TEJIDO	6	ESTUFA
PANEL 5	V _H	CINTA	12	ESTUFA
PANEL 6	V _H	TEJIDO	6	ESTUFA
PANEL 7	DSC	CINTA	12	ESTUFA
PANEL 8	DSC	TEJIDO	6	ESTUFA
PANEL 9	ILSS	CINTA	12	AUTOCLAVE
PANEL 10	ILSS	TEJIDO	6	AUTOCLAVE
PANEL 11	TRACCIÓN	CINTA	12	AUTOCLAVE
PANEL 12	TRACCIÓN	TEJIDO	6	AUTOCLAVE
PANEL 13	V _H	CINTA	12	AUTOCLAVE
PANEL 14	V _H	TEJIDO	6	AUTOCLAVE
PANEL 15	DSC	CINTA	12	AUTOCLAVE
PANEL 16	DSC	TEJIDO	6	AUTOCLAVE

3.2.2 Caracterización fisicoquímica y mecánica

Para proceder a la caracterización del material se van a realizar dos tipos de ensayos: ensayos fisicoquímicos y ensayos mecánicos.

Para analizar el comportamiento térmico de las muestras, se han decidido usar dos técnicas:

- Calorimetría diferencial de barrido (DSC), que permite determinar la temperatura de transición vítrea y el porcentaje de curado.
- Estudio del volumen de huecos (V_H), que aporta información sobre la porosidad, y el contenido en fibra y resina del material.

Los ensayos mecánicos realizados a materiales compuestos, suelen tener una dispersión de resultados importante. Son materiales muy heterogéneos y por tanto son sensibles a la presencia de defectos en las probetas.

Los ensayos para la caracterización mecánica del material son los siguientes:

- Ensayo de cortadura interlaminar (ILSS), donde obtendremos el valor de la resistencia a cortadura que dependerá de la máxima tensión constante a la que puede soportar el material.
- Ensayo de tracción, mediante el que obtendremos la resistencia a rotura del material, y el módulo elástico de este.

3.3 Metodología

3.3.1 Materiales

El material con el que se va a llevar a cabo la realización de todo el proyecto, se trata de un material cuya formulación de la resina que lo compone se ha ideado para ser curado fuera de autoclave. La matriz es termoestable tipo epoxi.

Para la misma matriz se tendrán dos posibles tipos de refuerzo de fibra de carbono, cinta unidireccional y tejido twill 2x2.

A continuación se dan las principales características de las dos modalidades de material con las que se ha realizado la fabricación de los especímenes de estudio del proyecto:

- Tejido.

Preimpregnado de resina epoxi reforzado con fibra de carbono.

Tejido twill 2x2 de curado a 180°C.

Material estructural.

Ancho de rollo: 1200 mm.

Espesor de capa curada: 0.34 mm.

- Cinta.

Preimpregnado de resina epoxi reforzado con fibra de carbono.

Cinta unidireccional de curado a 180°C.

Material estructural.

Ancho de cinta: 600 mm.

Espesor de capa curada: 0.167 mm.

3.3.2 Proceso

A continuación se muestra una relación de los pasos que se han seguido de corte y compactación de los paneles en su fabricación:

1. Primeramente se saca el material de la nevera donde se conserva a -18°C para subir su temperatura hasta la ambiente con el fin de facilitar su manipulación.
2. Una vez que el material se ha atemperado se procede a cortar los patrones de tejido y cinta unidireccional de las dimensiones necesarias y el número previamente calculado (según ensayo). Todas las láminas en cualquiera de las configuraciones que se van a fabricar van a ir en dirección 0° , por tanto, no hay que tener en cuenta ningún otro factor a la hora de cortar los laminados.
3. Se prepara todo el material para realizar el laminado. De igual manera se acondiciona el útil donde se va a realizar el laminado (fuera del área limpia). Primeramente se limpia el útil con acetona con el fin de no dejar ningún resto de anteriores procesos, y a continuación se aplica frekote (desmoldeante) varias pasadas dejando secar entre una y otra, ya que este tiene una función importante facilitando el desmoldeo de los paneles. Hay que tener especial cuidado de no aplicarlo en el borde del útil para que se pegue correctamente el sellante de la bolsa de vacío.
4. Se fijan unas tiras de corcho con adhesivo al útil a modo de guía para colocar correctamente los laminados, con el fin de servir de guía y hacer separación entre los paneles ellos.
5. Se comienza a laminar cada panel separando la capa protectora que tiene el material de fábrica y se coloca en el útil. Se pone una única capa de cada panel, que se compacta (punto 6), donde posteriormente se van compactando el resto de capas, entre 2 y 5, las que se estimen según el número de láminas que tenga cada panel.

6. Para la compactación se pone un sellante (masilla con poca adherencia para poder reutilizar la bolsa de compactación durante todo el laminado) por todo el borde del útil donde se va a proceder al laminado. A continuación, se coloca una película separadora (comúnmente conocida como A4000) que cubra bien todos los paneles a compactar y sobre esta capa un tejido sangrador o aireador. Por último se coloca una capa de poliéster para cerrar la bolsa de vacío.

Se coloca doble capa de tejido sangrador donde vamos a colocar la toma de vacío (Figura 35). Se agujerea la bolsa con la toma y se enrosca teniendo cuidado de que no haya pérdidas, ya que es importante mantener el vacío dentro de la bolsa. Se deja 10 min de compactación.

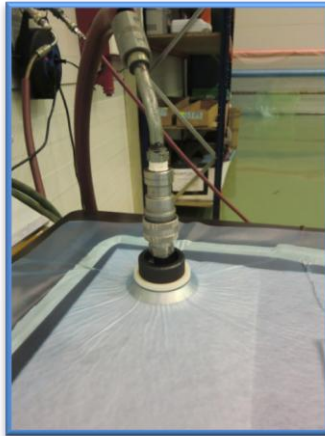


Figura 35. Conexión toma de vacío

7. Pasados los 10 min se abre la bolsa de vacío y se ponen más capas de tejido o cinta, se vuelve a cerrar la bolsa de vacío y se compacta de nuevo otros 10 min. Se repite este proceso las veces que haga falta hasta completar en todos los paneles el número de láminas que se requieran.

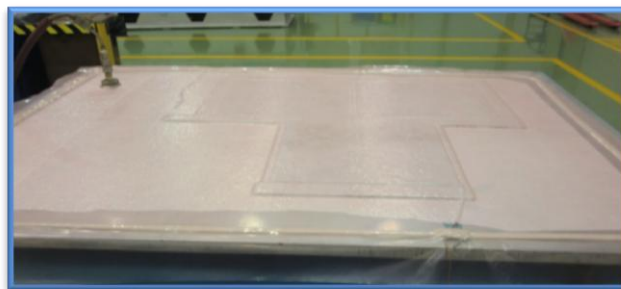


Figura 36. Bolsa de compactación

A continuación se muestra un esquema de cómo sería la bolsa de vacío para realizar la compactación de los paneles (Figura 37).

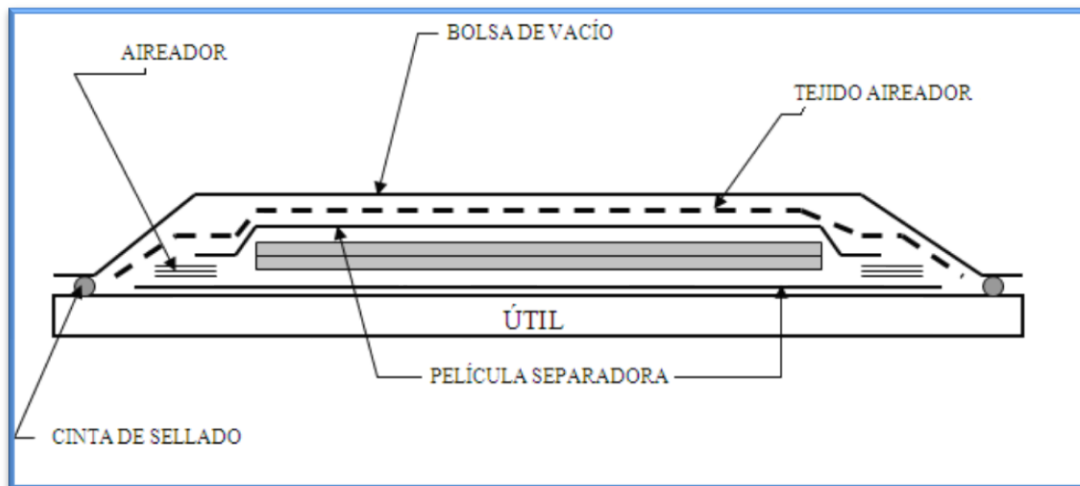


Figura 37. Esquema de bolsa de vacío para las compactaciones

Cuando se ha terminado la laminación de los paneles, se dividen en dos útiles ya que la mitad de los paneles son para curar en estufa, y la otra mitad en autoclave. Para cada útil se hace una bolsa de vacío para proceder al curado de los paneles. A continuación se muestra la numeración de pasos a seguir:

1. Se acondiciona el útil donde se van a curar los laminados. Se limpia con acetona y se aplica desmoldeante (frekote) en la base del panel para facilitar la retirada de los paneles una vez curados.

Se fijan los laminados al útil con tiras de corcho con adhesivo para separar los paneles entre sí. Este corcho también tendrá una función importante a la hora de inspeccionar los paneles mediante ultrasonidos, ya que para realizar el estudio se aplica agua en la superficie del panel, y gracias a este corcho evitamos que el agua llegue a la cara inferior del panel y altere los resultados obtenidos.

2. Se colocan los termopares en los lugares donde se quiera tener referencia de temperatura una vez que se introduzcan a curar tanto en la estufa, como en el autoclave. Estos se fijan con cinta adhesiva y masilla sellante como se puede comprobar en la Figura 38.

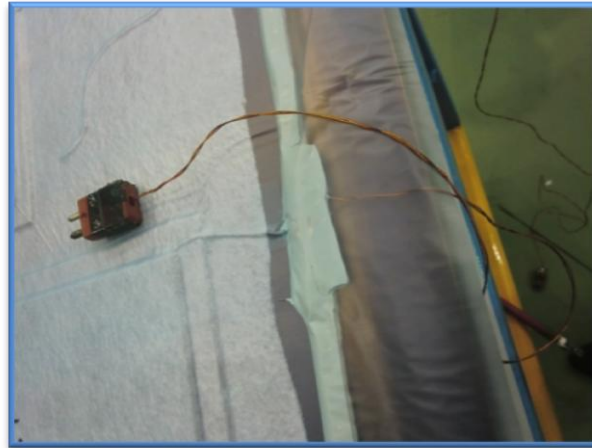


Figura 38. Termopar colocado para el control de la temperatura del útil

3. De igual manera que se ha colocado la bolsa de compactación de los paneles se hace una bolsa de vacío para el curado, exceptuando la colocación de un pisa entre la película separadora y el tejido sangrador. La función del pisa (lámina metálica) es homogeneizar la presión en la superficie del laminado.

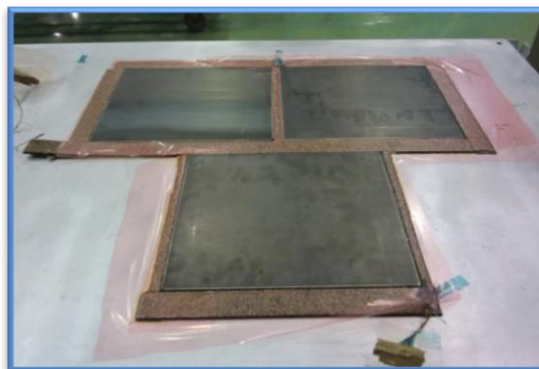


Figura 39. Laminados con pisa y termopares colocados

4. En el caso de la bolsa de curado que se va a curar en autoclave, es recomendable colocar dos tomas de vacío.

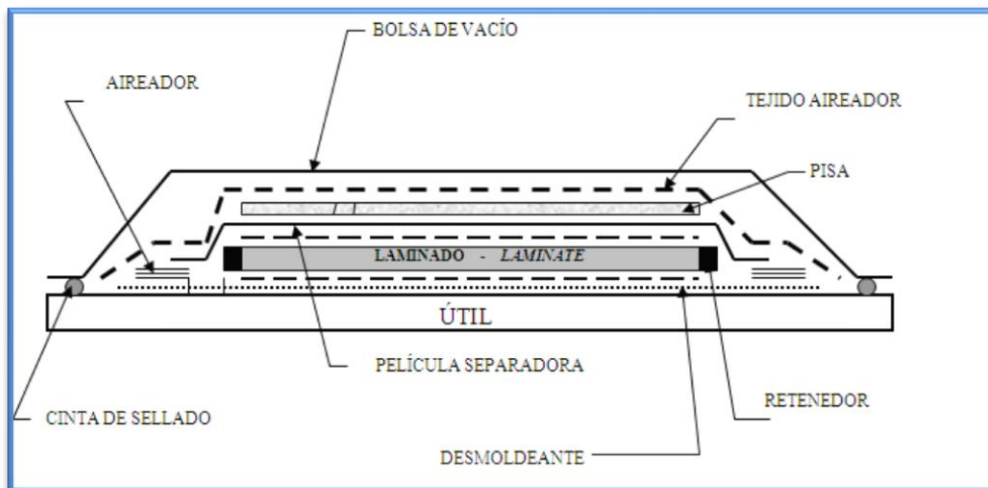


Figura 40. Esquema bolsa de vacío para el curado de los paneles

5. Se conecta la toma de vacío a la red de vacío de las instalaciones del taller. Cuando se haya hecho vacío en la bolsa, se desconecta la toma y se comprueba que no tiene pérdidas mediante un vacuómetro conectado en la misma toma. Si está correcta la medida, se puede proceder al curado. En la imagen que se muestra a continuación se puede observar como quedaría la bolsa de vacío lista para el curado.

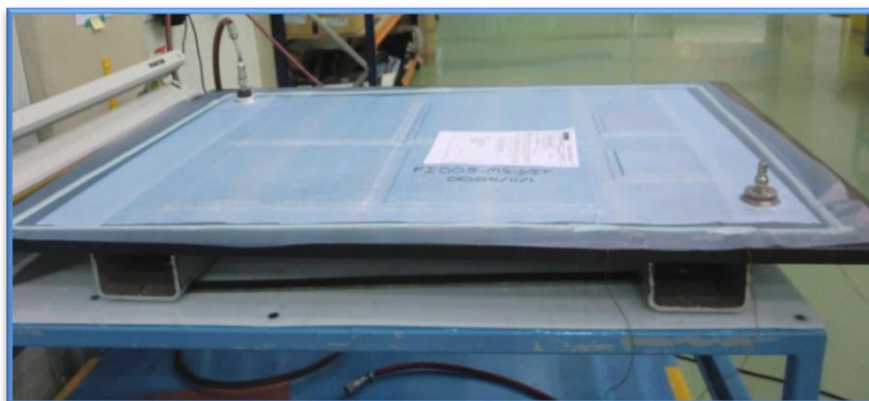


Figura 41. Bolsa de curado lista para entrar en autoclave

A continuación se describen los dos procesos seguidos para el curado de los paneles. En el caso del curado realizado en estufa, los pasos a seguir serían los siguientes:

1. Se mete el útil en la estufa ayudado por un carro metálico o soporte que quedará dentro de la estufa durante el proceso de curado.
2. Se conectan los termopares con el sistema de control de la estufa. En este caso se ha controlado la temperatura ambiente dentro de la estufa, la del útil, y la de 2 laminados.
3. Se mete una manguera de vacío a través del pasamuros de la estufa, y se conecta en la toma de vacío.
4. Se cierra la estufa y se fijan los valores necesarios para nuestro ciclo de curado.
5. Cuando éste termina, se deja atemperar y se desmoldan los paneles de la bolsa de vacío, estando ya listos para realizar la inspección no destructiva.

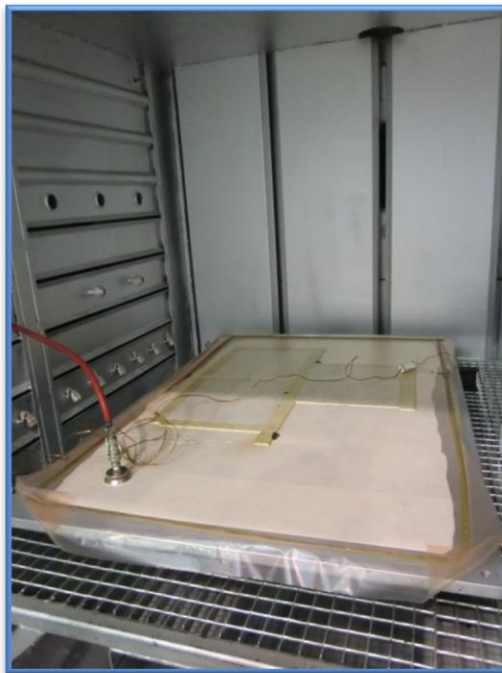


Figura 42. Útil dentro de la estufa

El ciclo de estufa que se ha realizado en este caso para la fabricación de los paneles del proyecto es el siguiente:

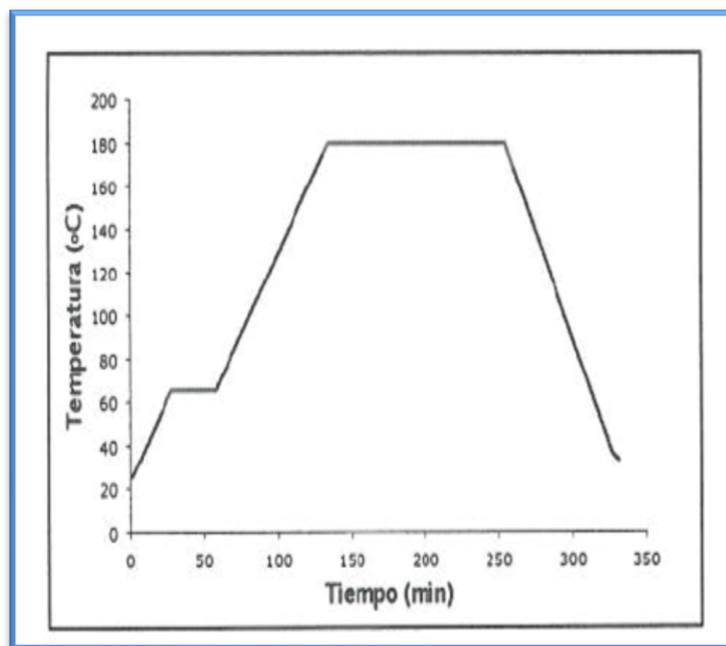


Figura 43. Ciclo de curado de estufa

Tabla 4. Parámetros curado en estufa

PARAMETROS	
VACIO (mm Hg)	550 a 600
RAMPA DE CALENTAMIENTO (°C/min)	0.5-3.5
TEMPERATURA DE ESTABILIZACIÓN (°C)	80 ± 5
TIEMPO DE ESTABILIZACIÓN (MINUTOS)	30
TEMPERATURA DE CURADO(°C)	180 ± 5
TIEMPO DE CURADO (MINUTOS)	120
RAMPA DE ENFRIAMIENTO (°C/min)	1.5-5
TEMPERATURA DE DESMOLDEO (°C)	≤ 60

El curado en estufa consta de las 5 pasos que se describen a continuación:

- Se aporta calor, lo que se denomina rampa de calentamiento, de 1°C/min hasta conseguir los 80°C.
- Se mantiene esa temperatura con el margen permitido ($\pm 5^\circ\text{C}$) durante 30 min.

- Una vez pasado este tiempo se aporta de nuevo calor dando lugar a otra rampa de calentamiento. Ésta se da en las mismas condiciones que la rampa anterior pero se sube la temperatura hasta alcanzar los 180°C. De igual manera se permite un margen de $\pm 5^{\circ}\text{C}$ de la temperatura de estabilización, que tendrá que figurar en todos los termopares colocados, y comenzará a contabilizar el tiempo de curado cuando se cumplan estas condiciones.
- Se mantiene esa temperatura durante 120 min. En este tiempo se da por finalizado el curado.
- Una vez curado se realiza una rampa de enfriamiento de $1.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$, hasta conseguir temperatura ambiente ($<60^{\circ}\text{C}$). Apagar y dejar reposar en la estufa hasta poder proceder al desmoldeo de los paneles.

En el caso del curado realizado en autoclave, los pasos a seguir serían los siguientes:

1. Meter el útil en el autoclave ayudado por una grúa que facilita su colocación dadas las dimensiones del autoclave donde van a ser curadas las piezas.
2. Conectar los termopares con el sistema de control del autoclave. En este caso se ha controlado la temperatura del útil, y la de 3 laminados.
3. Se conecta la toma de vacío en el interior del autoclave.
4. Se cierra el autoclave y se fijan los parámetros necesarios para nuestro ciclo de curado. Este sistema es mucho más complejo que el de curado en estufa.
5. Cuando este termina, se deja atemperar y se desmoldan los paneles de la bolsa de vacío, estando ya listos para realizar la inspección no destructiva.



Figura 44. Útil dentro del autoclave

El ciclo de autoclave que se ha realizado en este caso para la fabricación de los paneles del proyecto es el siguiente:

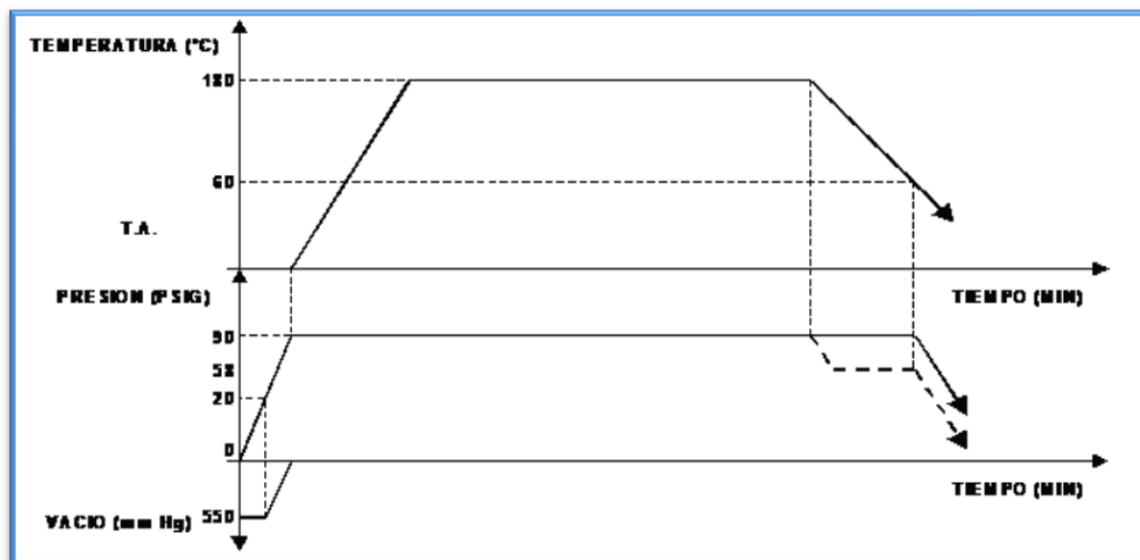


Figura 45. Ciclo de curado de autoclave utilizado en el proyecto

Tabla 5. Parámetros curado en autoclave

PARAMETROS	
PRESION (PSI)	90 +10/-5
VACIO (mm Hg)	550 a 600
TIEMPO DE CALENTAMIENTO (MINUTOS)	57 a 285
TEMPERATURA DE ESTABILIZACIÓN (°C)	180 ± 5
TIEMPO DE ESTABILIZACIÓN (MINUTOS)	120
TIEMPO DE ENFRIAMIENTO (MINUTOS)	≥ 43
TEMPERATURA DE DESMOLDEO (°C)	≤ 60

El curado en autoclave consta de las 4 pasos que se describen a continuación:

- Se aporta presión. Ésta se sube progresivamente hasta los 90 PSI, que se alcanzan en el minuto 57 de ciclo. Y entonces se comienza a aportar temperatura.
- Se realiza una rampa de calentamiento que dura hasta el minuto 285 del ciclo, y llega a 180°C, y a presión constante (90 PSI). En el intervalo de 54°C a 165°C, la rampa se hace con una velocidad mínima de 0.6°C/min. La subida de los 165°C a los 180°C finales, se realiza con una velocidad mínima de 0.2°C/min. En ambos casos, la velocidad máxima permitida, será de 2.71°C/min.
- Se estabiliza la presión y la temperatura durante 120 min, que donde se produce el curado de los paneles.
- Se realiza una rampa de enfriamiento de 43 min, hasta que se consigue temperatura ambiente (<60°C) para poder proceder al desmoldeo de los paneles. En la rampa de enfriamiento se permite una caída de presión, pero nunca disminuyéndola más de 58 PSI.

Una vez que los paneles han sido curados, con cualquiera de los dos métodos, se procede al desmoldeo de éstos de igual manera. Hay que tener especial cuidado en el desmoldeo, ya que a menudo los paneles pueden soltar algo de resina, que queda curada fuera de los laminados, y por tanto se corre peligro de cortes y heridas. En las imágenes que se muestran a continuación (Figura 46), se ve un panel en su bolsa de curado en el que se ha perdido resina durante el curado.

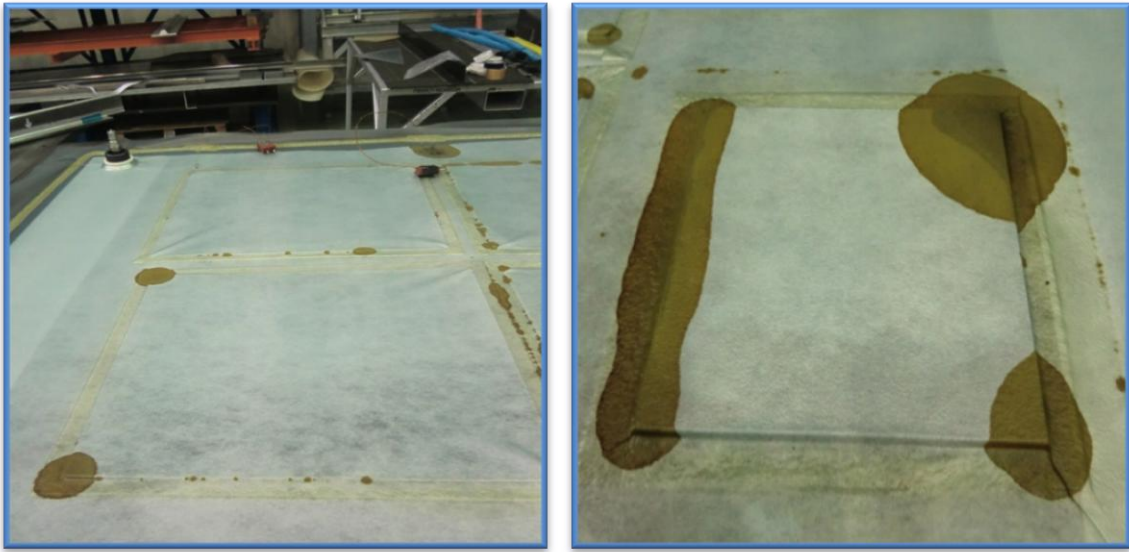


Figura 46. Paneles curados con pérdidas de resina

Primeramente se retirará la toma de vacío, la capa de bolsa de vacío con todas las capas (aireador y película separadora) y la masilla o sellante que fija la bolsa al útil. A continuación se retiran los pisas, con ayuda de una espátula. En este punto se tiene la imagen que se muestra en la Figura 47.

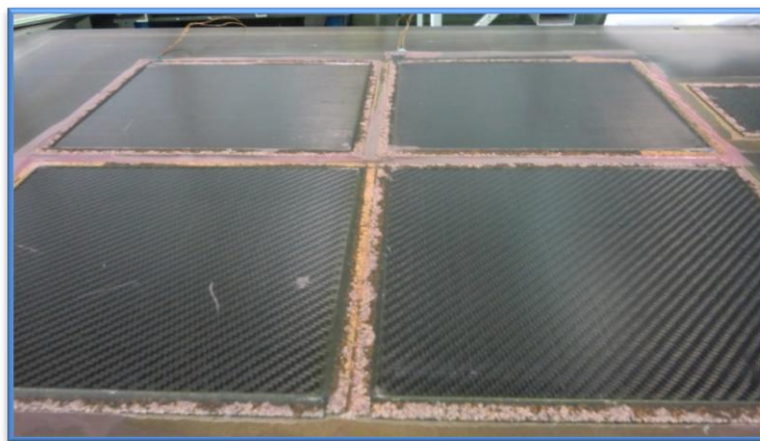


Figura 47. Paneles para desmoldear

Posteriormente, se retirarán los termopares de los laminados y del útil con cuidado de no retirar los corchos de los laterales, para darles uso en la inspección de ultrasonidos.

3.3.3 Caracterización

Se ha realizado una caracterización mecánica y fisicoquímica de todos los paneles fabricados. Para ello se han utilizado las siguientes técnicas de ensayo:

- DSC: Se ha realizado con un aparato DSC Q2000-1286-DSC, según la normativa EN 2559 [25]. Inicialmente se disminuye la temperatura de la muestra a -50°C , se hace un modulado de $\pm 1^{\circ}\text{C}$ cada 60 s, un equilibrado de 5 min, y posteriormente una rampa de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta alcanzar una temperatura de 50°C .
- Volumen de huecos: El cálculo de volumen de huecos se ha realizado con el ensayo expresado en el MIL HDBK-17-1F, 6.6.6 [24]. Se practica una pesada en aire, y otra en líquido (agua destilada) de tres muestras pertenecientes al mismo panel. Las dimensiones de las probetas han sido tomadas con un calibre de precisión digital 0.05 mm, y las pesadas en una báscula Melter Toledo de precisión 0.05 mg.
- ILSS: La norma seguida corresponde EN 2563 [26]. Para la realización del ensayo se ha empleado una máquina universal de ensayos de Servosis, y una célula de carga de 0.5 t. La máquina de ensayos y la célula de carga han sido calibradas según la ISO 7500-1 clase 1, con una exactitud del 1% en la curva esfuerzo deformación.
- Ensayo de tracción: La norma que se ha utilizado para este ensayo es la EN 2561 [27]. El equipo empleado ha sido una máquina universal de ensayos Servosis, equipada con una célula de carga de 20 t.

3.4 Técnicas y ensayos

Para la caracterización y estudio de las propiedades físicas y mecánicas del material a estudiar se han empleado diversas técnicas experimentales térmicas, estructurales, morfológicas y mecánicas que a continuación se detallan.

3.4.1 Inspección no destructiva de los paneles

Los ensayos no destructivos son aquellos que tienen como finalidad definir la cantidad intrínseca de un componente sin dañarlo, de tal manera que luego puede ser utilizado posteriormente para las funciones que se hubiera diseñado.

Estos métodos sirven para controlar la calidad, la defectología y proporcionar beneficios económicos en su fabricación en caso de ser posible. Se realizan con equipos y materiales específicos y deben ser llevados a cabo por un personal cualificado.

Los ensayos no destructivos comenzaron a aplicarse en aquellos sectores en que la seguridad era un factor importante, siendo estos básicamente el sector energético y el sector aeronáutico. Pero con el paso de los años, estos ensayos se han comenzado a aplicar con el fin de reducir los costes derivados de la falta de calidad de un producto.

Los procedimientos de fabricación generales, suelen ser muy fiables y metódicos, por tanto para garantizar su calidad vale con realizar controles estadísticos de la producción, de manera que los ensayos no destructivos no serían necesarios. Esto no ocurre en los procesos de fabricación de los materiales compuestos, por lo tanto, es necesario hacer otro tipo de ensayos con el fin de garantizar la calidad y seguridad de las piezas que se están fabricando.

La elección del método adecuado según el caso depende de los siguientes factores:

- Escenario de la aplicación.
- Material del componente.
- Defectología a tratar.
- Requerimientos de inspección.

- Tamaño y configuración geométrica del elemento a inspeccionar.
- Recursos disponibles.
- Coste de la inspección.

Los métodos que se suelen emplear según las características propias de cada componente fabricado en material compuesto son los siguientes presentados de mayor a menor importancia:

- Ultrasonidos.
- Radiología.
- *Tap-coin*.
- Impedancia mecánica.
- Termografía.
- Inspección visual.
- Inspecciones ópticas [6].

3.4.1.1 Ultrasonidos

El método de inspección ultrasónica es el más extendido de todos los posibles dentro del campo de los materiales compuestos. Éste se emplea para la inspección no destructiva de las piezas construidas con el fin de garantizar su calidad.

Este método está basado en introducir ondas acústicas de frecuencia superior a 20 kHz (ultrasonidos), en el componente a inspeccionar. Estas ondas se propagan a través del material sufriendo los fenómenos típicos de reflexión, refracción, atenuación, difracción, etc.

Gracias a las alteraciones que se observen en la propagación de las ondas, respecto al mismo material en estado homogéneo, se registran las heterogeneidades que pueda tener el objeto, y por tanto determinar su calidad de procesado.

Dentro de las inspecciones por ultrasonidos se pueden determinar diversos métodos de obtención: pulso eco, transmisión y placa reflectante o doble transmisión. En el proyecto, se ha realizado la primera opción, ya que es el método de inspección normalmente utilizado en estos casos.

El pulso eco consiste en un único transductor que actúa de forma alterna como emisor y receptor. Se emite una señal ultrasónica a través de la pieza a ensayar para evaluar su estado en función de las reflexiones que se produzcan en su interior. Si no existen defectos se propaga sin interrupciones hasta la cara inferior y las refleja. Con el eco que se produce. Además puede determinarse el espesor del componente [16].

Los ensayos no destructivos de los paneles se han realizado una vez finalizado el curado de los paneles, y antes del mecanizado de las probetas. Fueron inspeccionados en un equipo de pulso eco del grupo Tecnatom (Figura 34) y un palpador Krautkammer nº serie 01WJFY, que cumple las normativas A1083, AITM6-0011, AITM6-0016, AITM6-4010, AITM6-4005.

Habida cuenta de que no se ha utilizado probeta patrón, dado que es un material nuevo, ha sido difícil poder estimar si el resultado obtenido se encuentra dentro de normativa expresamente o no, ya que un panel resulte homogéneo o sin indicaciones reportables, no quiere decir necesariamente que esté dentro de norma.

Pero con el ensayo se ha podido determinar el estado general de los paneles, la porosidad y la defectología existente. A continuación se muestran los pasos que se han seguido para la realización de la inspección no destructiva a través de ultrasonidos en el presente proyecto.

Para poder hacer una buena inspección, se ha de comprobar si la superficie de los paneles está limpia y libre de otros materiales o sustancias que pudieran interferir en la misma. Se realiza una inspección visual, en la que busca detectar delaminaciones de borde, irregularidades de superficie, marcas, ondulaciones, etc.

Una vez realizada esta inspección visual, se ha procedido a la colocación de los paneles en la superficie de lectura de la máquina de ultrasonidos. El primer paso es calibrar los ejes del panel para que la propia máquina tome las referencias, y proceda, cuando se indiquemos, a realizar la inspección.

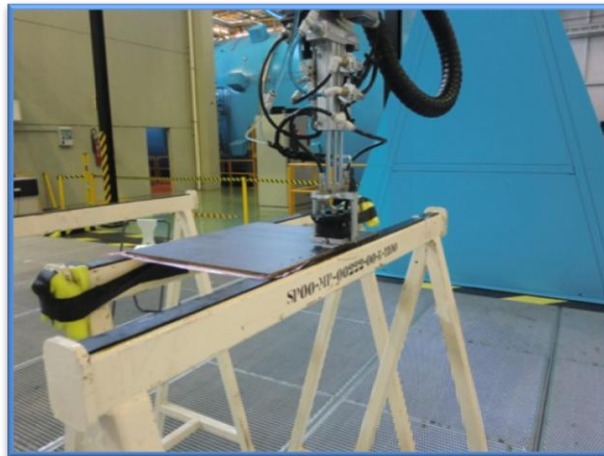


Figura 48. Calibración de los ejes del panel para su inspección

Posteriormente se calibra el tipo de señal con la que se va a realizar la inspección, en este caso se ha calibrado sobre la parte considerada sana (sin defectos) para cada uno de los paneles, elevando el eco al 80%.

Una vez finalizada esta tarea, se procede a la inspección de los paneles. El propio equipo realiza toda la inspección de forma automática. En la Figura 49 se puede comprobar como el palpador recorre todo el laminado realizando el análisis.

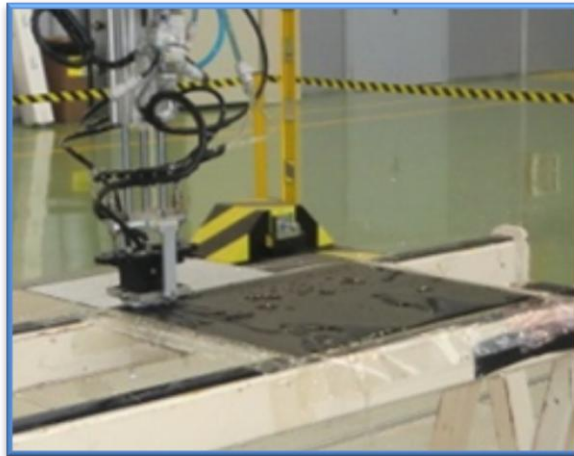


Figura 49. Inspección por ultrasonidos

Una vez analizados los paneles, se reporta un informe, en el que se determina la calidad de los paneles inspeccionados, que se muestra en el apartado de 4.1.Ultrasonidos.

3.4.2 Ensayos fisicoquímicos

Se va a utilizar la técnica de análisis térmico de calorimetría diferencial de barrido (DSC) diseñada para medir el porcentaje de curado de un material y su temperatura de transición vítrea entre otros factores [24].

De igual manera, se va a realizar un ensayo denominado volumen de huecos, mediante el cual se obtiene la porosidad existente en los laminados sometidos a estudio. Este factor será muy importante a tener en cuenta a la hora de comparar la compactación obtenida en los paneles curados en estufa en ausencia de presión, y los curados en autoclave.

3.4.2.1 Calorimetría diferencial de barrido

El ensayo térmico DSC proporciona un registro continuo de la diferencia en el cambio de entalpía entre la muestra y un material de referencia mientras están sometidos al mismo proceso de calentamiento.

Esta técnica permite medir la transferencia de energía en forma de calor entre una muestra y su medio ambiente, tanto en condiciones isotermas, (temperatura constante), como dinámicas (temperatura variable). Se puede realizar un ensayo dinámico en el que el material se somete a procesos de calentamiento constante mediante un flujo de calor en función de la temperatura, y en el ensayo isoterma, en el que la temperatura se mantiene constante durante todo el ensayo, y el flujo de calor varía en función del tiempo.



Figura 50. Equipo de DSC

Este ensayo permite obtener información de la temperatura a la cual tiene lugar el cambio energético en estudio y el calor involucrado en el proceso. Algunos de los factores que se pueden observar en este proceso son T_g , T_c , T_m , reacción entrecruzamiento o descomposición.

En DSC se someten una muestra y una referencia a un ciclo de calentamiento o enfriamiento a una velocidad constante. Cuando la muestra experimenta una transición térmica en la que tiene lugar un proceso exotérmico o endotérmico, el equipo DSC agrega calor para compensar inmediatamente cada diferencia registrable entre la temperatura de la muestra y la de la referencia, manteniéndolas a una temperatura idéntica. Se registra de forma continua la energía suministrada, produciendo un termograma que mide la capacidad térmica de la muestra en función de la temperatura, o del tiempo, $\Delta C_p(T,t)$.

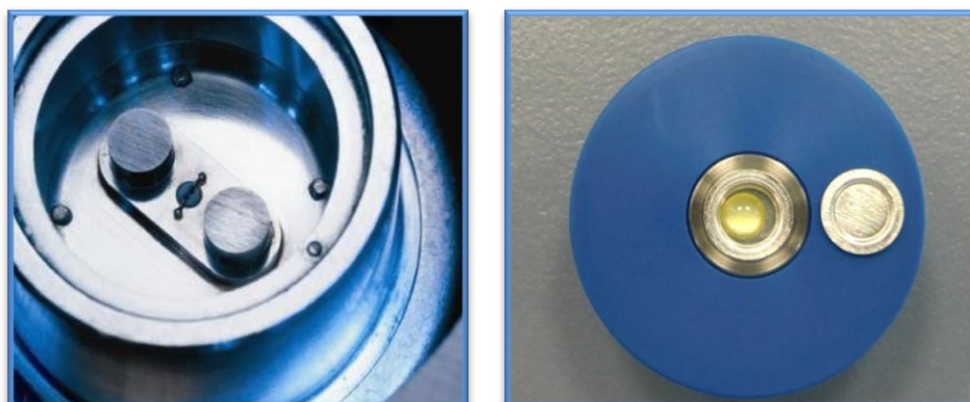


Figura 51. A) Posición de las dos cápsulas de estudio (muestra y referencia) B) Ejemplo de una cápsula con una muestra de resina en su interior

Se ha determinado realizar el ensayo DSC con el fin de conocer principalmente el grado de curado de los paneles fabricados y la T_g , que es aquella que nos dará la temperatura a la que el material realiza un cambio reversible en la región amorfa desde una condición gomosa hacia una condición dura o quebradiza.

Mediante esta técnica se puede estudiar, tanto la T_g del material fresco y curado, como evaluar el grado de curado alcanzado por el material durante el ciclo de curado. La T_g se detecta en el termograma de calentamiento mediante un cambio de pendiente en la línea base, como se puede observar en la Figura 53 en la curva azul.

Gracias a las transiciones de fase que se pueden observar en las gráficas que emite el DSC, podemos determinar los puntos de fusión y cristalización de un material, la oxidación de éste, la reacción de curado y la descomposición, entre otros.

El ensayo se ha realizado bajo las especificaciones de la normativa EN 2559 [25].

Es importante tener en cuenta determinados parámetros para la realización del ensayo DSC. Entre otros el tamaño de la muestra, su preparación, el control de la atmosfera, las cápsulas de análisis, la calibración del equipo, etc.

El equipo con el que se ha llevado a cabo el análisis es un Q-2000-1286-DSC, y la realización del análisis se ha realizado con el software TA Universal Analysis 2000. Las cápsulas utilizadas para realizar en ensayo son las Tzero Hermetic Lid y Tzero Pan. Han sido selladas con una prensa Tzero Press, y se han tomado medidas de peso con una báscula Mettler Toledo de alta precisión.

Inicialmente, se procede a cortar las muestras de tal manera que entren en las cápsulas donde se va a realizar el ensayo. Se pesan, y se anotan los valores de peso de la cápsula y de la muestra, ya que será necesario meter los valores en el programa donde se van a registrar los datos que se obtengan en el ensayo.

Se introducen las cápsulas en el portador (Figura 52), donde la propia máquina las irá colocando para realizar el ensayo. A continuación se introducen los datos en el programa, se acondiciona el equipo (conexión nitrógeno, puesta en marcha del horno, etc.) y se deja actuar al equipo.



Figura 52. Portador de cápsulas

El procedimiento de ensayo con el que se han realizado es un proceso modulado cuyos parámetros se muestran a continuación:

- Se disminuye la temperatura de la muestra a -50°C . Se procede a un equilibrio.
- Se modula $\pm 1^{\circ}\text{C}$ cada 60 s.
- Se equilibra de nuevo (isotérmico) durante 5 min.
- Rampa $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ hasta llegar a 50°C .

Una vez finalizado el ensayo, los resultados son guardados, para su posterior análisis. A continuación, se muestra un ejemplo de los gráficos que proporciona el ensayo para realizar el posterior análisis y obtener los datos necesarios para nuestro estudio (Figura 53).

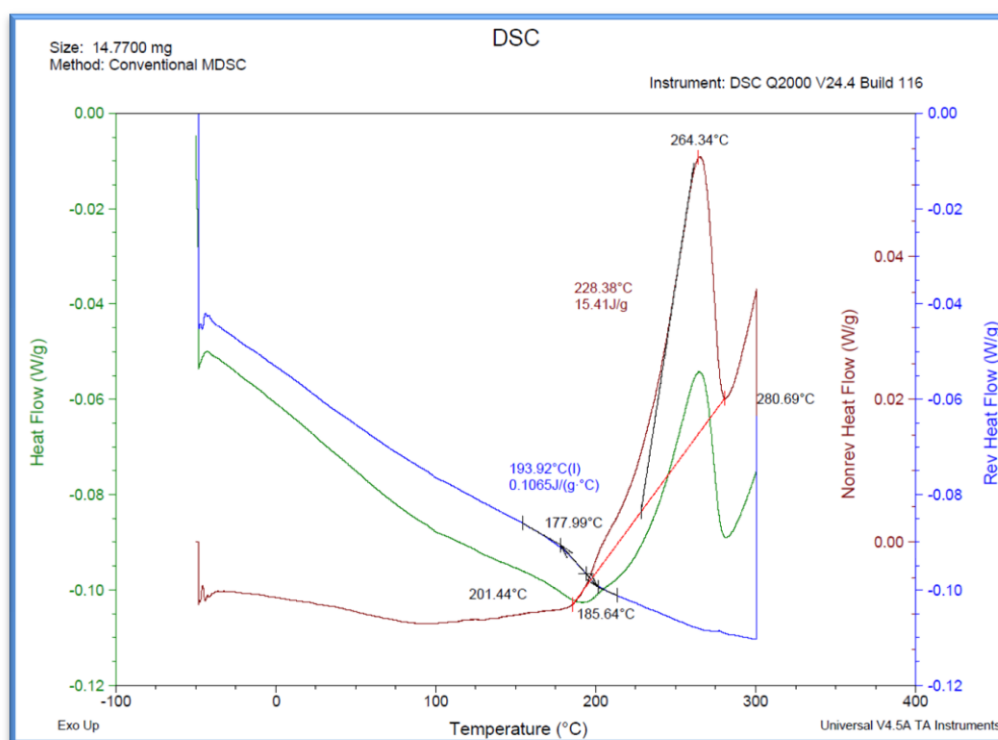


Figura 53. Gráfica ejemplo de un barrido dinámico a $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ de una muestra por DSC

3.4.2.2 Volumen de huecos

El ensayo de cálculo de volumen de huecos se realiza con el fin de conocer el porcentaje de huecos, resina y fibras existente en un panel de material compuesto.

Es un ensayo muy simple pero con el que se adquiere una información muy importante a cerca del material a evaluar, ya que nos permite saber si los paneles tienen una porosidad alta, conocer el volumen de huecos existente, si se ha perdido un porcentaje de resina en el curado, etc.

En las hojas características de los fabricantes se dan los porcentajes, en el caso de los preimpregnados, de resina, fibra y el volumen de huecos máximo que puede tener el material para que sea válido, y pase los controles de calidad. Con este ensayo, se comprueba cuál es el porcentaje del laminado sometido a estudio, para proceder a sus posteriores conclusiones, y comprobaciones de calidad.

El ensayo puede realizarse con diferentes técnicas, y bajo diferentes normas. El correspondiente al proyecto se realiza bajo el plan de ensayos publicado en el libro MIL-HDBK-17-1F 6.6.6 [24].

En el ensayo realizado, se practican dos pesadas de cada una de las muestras tomadas, una en aire, y otra con la probeta sumergida en un líquido, en este caso agua destilada. Posteriormente, se pesan en una báscula de alta precisión Melder Toledo con precisión de 0.05 mg. Se tiene en cuenta en todo momento que no varíe la temperatura del agua, ni el volumen del vaso de precipitado, para poder reducir los errores.

Con los datos de las pesadas realizadas, los valores aportados por el fabricante, y el área calculada de las probetas estudiadas (que se realizará con un calibre de precisión con error de 0.05 mm), se introducirán en un programa en Excel ya realizado, que reporta los porcentajes de resina, fibra y huecos, de los laminados donde se han sacado las probetas.

Según la normativa se puede calcular el volumen de huecos mediante la Ecuación 1:

Ecuación 1. Volumen de huecos

$$V_H = \frac{FAW \cdot A \cdot \rho_c \cdot n}{M \cdot \rho_f} \cdot k$$

Donde:

V_H es el volumen de huecos (%)

FAW es el peso por área (de una lámina) (g/m²)

n el número de pieles del laminado

A es el área de la probeta (cm²)

M es la masa de la probeta (g)

ρ_f es la densidad del refuerzo (g/cm³)

ρ_c es la densidad del compuesto (g/cm³)

k son las unidades de conversión

3.4.3 Ensayos mecánicos

3.4.3.1 Ensayo de cortadura interlaminar (ILSS)

El objeto de este ensayo es conocer la resistencia a cortadura interlaminar que presenta el material a estudio. Mediante este ensayo se obtiene el valor máximo de fuerza de cortadura calculada en el momento del primer fallo en la mitad del ancho de la probeta a estudiar, cuyas dimensiones están fijadas por la norma y se dan posteriormente.

En este proyecto se lleva a cabo la realización del ensayo de cortadura interlaminar bajo la norma EN 2563 [26]. Todos los ensayos se han realizado con el mismo equipo. A continuación se muestra una imagen del útil (Figura 54) con el que se ha llevado a cabo dicho ensayo.



Figura 54. Útil ensayo ILSS

En este proceso se consigue la resistencia de delaminación bajo fuerzas de cortadura paralelas a la capa del laminado que se está estudiando. Esto se consigue aplicando fuerza en 3 puntos de la probeta. Dos rodillos en el inferior de ésta, cada uno a un extremo, con un radio determinado según norma, y otro rodillo en la parte superior del espécimen justo a la mitad de su longitud, con otro radio determinado en la norma.

En la Figura 55 se puede observar cómo se realiza este ensayo. Esos resultados se volcarán en un programa informático, donde se obtienen los datos necesarios para realizar el posterior análisis.

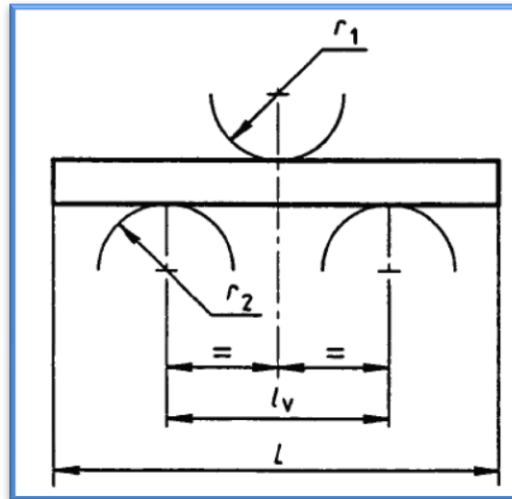


Figura 55. Colocación de los rodillos en el ensayo ILSS [26]

En la norma se especifican todas las medidas necesarias para ajustar de la distancia entre los soportes y las medidas de las probetas a estudiar, en este caso los rodillos de la parte inferior se encuentran a 10 mm. El rodillo de la parte superior estará en la mitad de la probeta, que será de 20 mm de larga. En la Figura 56, se pueden observar las especificaciones que da la norma.

Esta posición y medida de la máquina de ensayos y de las probetas, asegura que se tiene un error no mayor de 0,02 mm entre el punto donde se aplica la carga y los soportes. Ambas partes se realizan con acero permitiéndose una fuerza mayor o igual a 1000 MPa [26].

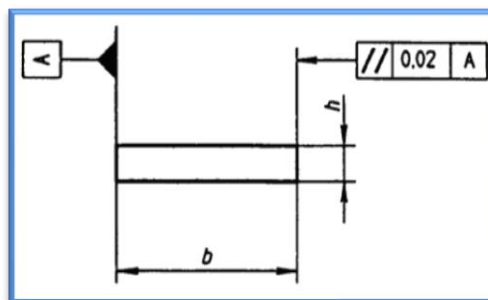


Figura 56. Perfil probeta ensayo ILSS normalizada [26]

En la Figura 57 se dan los valores normalizados para el corte de las probetas del ensayo, y la colocación de los rodillos sobre la probeta para practicar dicho ensayo según norma [26].

Symbole (Symbols)	Werte (Values)
r_1	$3 \pm 0,1$
r_2	$3 \pm 0,1$
b	$10 \pm 0,2$
L	$20 \pm 0,25$
l_v	$10 \pm 0,1$
h	$2 \pm 0,2$

Figura 57. Medidas en milímetros de probetas y radios de los rodillos [26]

A continuación se da el método e instrumentación necesarios en la realización del ensayo según las normas descritas.

- Micrómetro de caras planas de 6 mm de diámetro con una precisión de 0.01 mm.
- Máquina de ensayos con una precisión dentro del 1% según la gama de carga usada.
- Disponer de un dispositivo para registrar la carga con respecto al tiempo o a la dislocación de esta.
- Si fuera necesario colocación de una cámara de temperatura regulada según la normativa EN 2744 para los ensayos realizados a temperaturas diferentes de la ambiente.
- Existencia de un termopar que registre la temperatura diferente a la ambiente.

Con la Ecuación 2 se puede obtener el valor de la resistencia a cortadura interlaminar aparente:

Ecuación 2. Resistencia a cortadura interlaminar

$$\tau = \frac{3 \cdot P_R}{4 \cdot b \cdot h} (MPa)$$

Donde:

τ es la resistencia a cortadura interlaminar aparente (MPa)

P_R es la carga máxima aplicada en el momento del primer fallo (N)

b es el ancho de la probeta (mm)

h es el espesor de la probeta (mm)

Se pueden obtener diferentes tipos de rotura al realizar dicho ensayo. En la Figura 58 se ven las 4 opciones que existen de ruptura de la probeta. Éstas pueden ser simples, múltiples, con deformación plástica o flexión. En el apartado de resultados de este ensayo, se darán los tipos obtenidos en este proyecto.

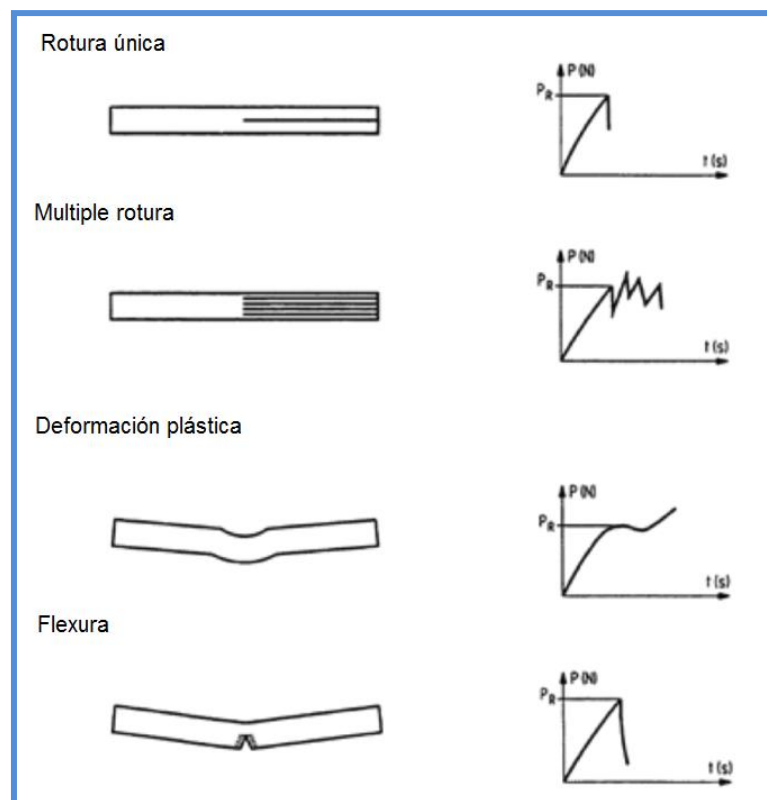


Figura 58. Formas de rotura posibles al realizar ensayo ILSS [26]

3.4.3.2 Ensayo de tracción

El objetivo del ensayo de tracción (*tensile test parallel to the fibre direction*) es conocer la fuerza, el módulo y el cociente de alargamiento al aplicar una tensión en laminados unidireccionales, como es el caso de los laminados que se han fabricado en este proyecto.

La realización del ensayo de tracción se lleva a cabo bajo la norma EN 2561 [27]. Todos los ensayos se han realizado con el mismo equipo y con el útil que se muestra en la Figura 59.

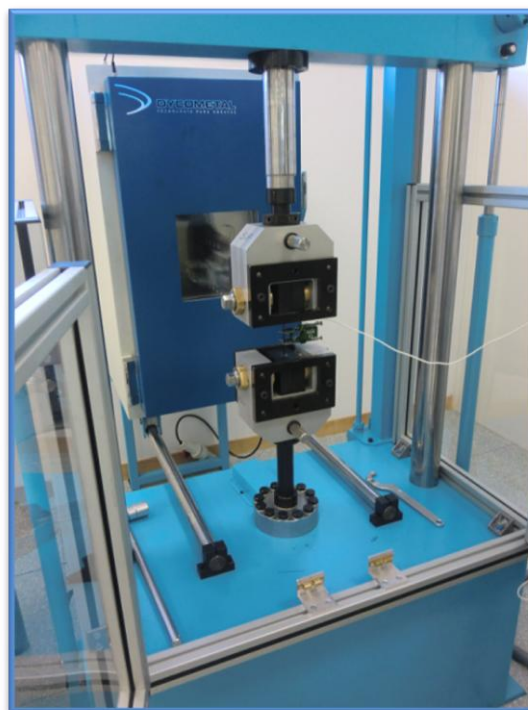


Figura 59. Útil para el ensayo de tracción

En la Figura 60 se dan las dimensiones de las probetas normalizadas que se han utilizado para realizar el ensayo. Todas las probetas tienen las mismas medidas, 250 mm de longitud, el ancho $b = 15$ mm, $h = 2$ mm de espesor, con una tolerancia de ± 2 mm (Figura 60).

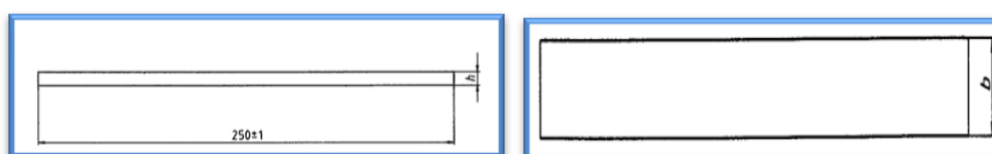


Figura 60. Dimensión de las probetas normalizadas para ensayo de tracción [27]

El método e instrumentación necesarios en la realización del ensayo según las normas descritas son los siguientes:

- Micrómetro de caras planas de 6 mm de diámetro con una precisión de 0.01 mm.
- Máquina de ensayos con una precisión dentro del 1% según la gama de carga usada.
- Si fuera necesario colocación de una cámara de temperatura regulada según la normativa EN 2744 para los ensayos realizados a temperaturas diferentes de la ambiente.
- Existencia de un termopar que registre la temperatura diferente a la ambiente.
- Los receptores de los datos que se están obteniendo de los ensayos filtran, en lo referente a la carga, con una precisión de 1% en el rango de tensión usado. La máquina de ensayos no debe marcar la probeta de manera que pueda causar faltas antes de la realización del ensayo completo.

Con la Ecuación 3 se puede obtener el valor de la tensión de tracción:

Ecuación 3. Tensión de tracción

$$\sigma_T = \frac{P_R}{h \cdot b} (MPa)$$

Donde:

σ_T es la tensión de tracción (MPa)

P_R es la carga en el momento del primer fallo (N)

b es el ancho de la probeta (mm)

h es el espesor de la probeta (mm)

Para la realización del ensayo se ha acondicionado el equipo (Servosis), con el útil mostrado en la Figura 59. Las probetas a estudio se introducen en las mordazas del útil, se prensan, y se colocan de tal forma que la máquina pueda comenzar el ensayo. Se coloca un extensómetro (Figura 61), se cierra la mampara de seguridad y se procede a lanzar el ensayo. Los resultados se vuelcan en un ordenador, donde se registran para su posterior análisis.

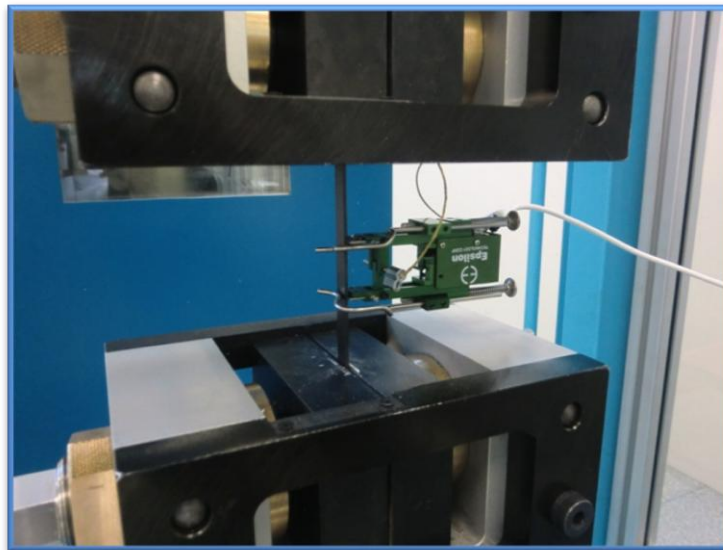


Figura 61. Extensómetro equipo de tracción

4 Resultados y discusión

Como se ha comentado en apartados anteriores, se han realizado dos baterías de paneles, para ser curados una parte en estufa, y la otra mitad en autoclave. Dentro de cada batería se han realizado una parte con refuerzo de cinta unidireccional y otra con refuerzo de tejido. Por tanto, siempre se muestran los resultados de 4 configuraciones, con los que se realiza la comparación entre los resultados obtenidos ante un mismo refuerzo y diferente proceso de curado.

Con los resultados obtenidos, se procede a demostrar si es posible obtener características semejantes para curados fuera y dentro de autoclave con el nuevo material que se está sometiendo a estudio. Los materiales que actualmente están más desarrollados, no se obtienen propiedades comparables, ya que los curados fuera de autoclave, no son capaces de adquirir las mismas condiciones de calidad de compactación que los curados dentro de autoclave.

Inicialmente se aporta la información obtenida en la inspección por ultrasonidos de los materiales, a través de la cual se conoce si los paneles se encuentran dentro de la norma, y se puede proceder al mecanizado de las probetas para realizar los ensayos programados.

A continuación, se presentan los resultados de la evaluación experimental para las propiedades térmicas, que corresponden a los valores de T_g y ΔH_c , que va relacionado al grado de curado del material, hallada a través del ensayo DSC. Mediante el ensayo de volumen de huecos, se obtienen los datos de los porcentajes de fibra, resina, y huecos que componen el material.

En cuanto a las propiedades mecánicas, con el ensayo de cortadura interlaminar, se logra la resistencia a cortadura del material, y a través del ensayo de tracción, se consigue la resistencia a rotura y el módulo elástico del material, pudiendo por tanto, conocer la deformación y la resistencia a la tracción del material.

4.1 Ultrasonidos

Tras la inspección de ultrasonidos realizada a los paneles fabricados, se obtiene un informe positivo, en el que se observa una buena compactación, aunque con la existencia de algunas irregularidades que aún siendo poco relevantes, se han tenido en cuenta a la hora de extraer de los paneles las probetas a someter a los ensayos previstos.

En la inspección visual se observa en el panel con refuerzo de cinta unidireccional curado en estufa, unas pequeñas irregularidades en la superficie cara bolsa, debidas a pequeñas arrugas formadas por la colocación del tejido separador. Dichas irregularidades no son de importancia, ni se ven afectadas las medidas de las probetas sacadas de dicho panel.

A continuación se muestran diferentes ejemplos de imágenes obtenidas de la inspección. Primeramente de un panel de cinta unidireccional curado en autoclave, y posteriormente uno con refuerzo de tejido curado con las mismas condiciones.

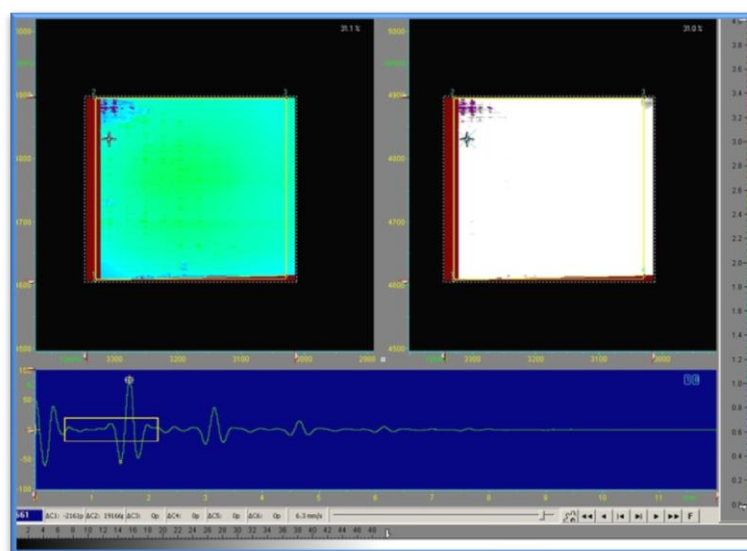


Figura 62. C-Scan de Amplitud con umbral de 6 dB y ToF, y A-Scan puntual

En la Figura 62 se observa un panel de cinta unidireccional curada en autoclave en el que puede ver una buena compactación en todo el panel, exceptuando los laterales en los que se encuentra porosidad. Por tanto, el mecanizado de probetas se extrae de la zona más próxima al centro del panel, con el fin de evitar el encontrar defectos en las probetas.

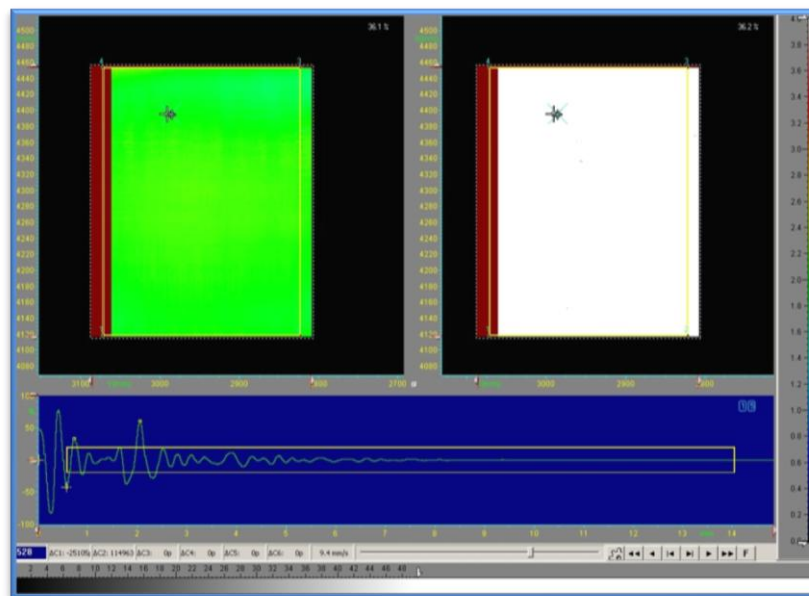


Figura 63. C-Scan de Amplitud con umbral de 6 dB y ToF, y A-Scan puntual

En Figura 63, correspondiente a un panel con refuerzo de tejido curado en estufa, puede observarse una buena compactación en todo el panel, exceptuando un punto indicado, en el que el eco se pierde, y por tanto se supone un defecto interno del mismo, que se tiene en cuenta en la extracción de las probetas.

4.2 DSC

Para poder estudiar los resultados obtenidos por DSC, se ensaya una muestra referencia del material, tanto en su configuración de tejido, como en cinta unidireccional, para comparar los resultados obtenidos y conocer mejor que ocurre tras el curado del material.

Se han obtenido 2 muestras de tejido fresco, y 2 muestras de cinta unidireccional de material fresco (sin curar), que se han sometido al ensayo de DSC. Una vez obtenido los resultados, estos sirven de referencia para analizar los datos obtenidos mediante este análisis:

Tabla 6. Referencia Tejido DSC

		Valores		Promedio	Desviación Estándar
Panel	Propiedad	1	2		
Ref TEJIDO	AH _c (J/g)	170	175	173	3.8
	AH _c corregida (J/g)	531	548	539	11.9
	T _g (°C)	2	2	2	0.5
	T _{onset} (°C)	185	185	185	0.2
	T _{peak} (°C)	218	218	218	0.2

Tabla 7. Referencia Cinta DSC

		Valores		Promedio	Desviación Estándar
Panel	Propiedad	1	2		
Ref CINTA	AH _c (J/g)	131	145	138	10.1
	AH _c corregida (J/g)	408	453	431	31.6
	T _g (°C)	3	2	2	0.8
	T _{onset} (°C)	188	187	188	0.7
	T _{peak} (°C)	219	219	219	0.2

La entalpía media corregida que se obtiene en este caso, sirve para calcular el porcentaje de curado de las muestras que se van a sacar de los paneles ya curados, tanto fuera de autoclave, como dentro, mediante la Ecuación 4:

Ecuación 4. Grado de curado

$$\% \text{ curado} = \frac{\Delta H_{\text{corregida ref}} - \Delta H_{\text{c corregida muestra}}}{\Delta H_{\text{c corregida ref}}} \times 100$$

Donde

Ecuación 5. Entalpía corregida de referencia

$$\Delta H_{\text{corregida ref}} = \frac{\Delta H_c}{\omega} \times 100$$

ω es el porcentaje de resina del compuesto dado por el fabricante.

A continuación se muestran los resultados obtenidos en el ensayo de DSC para refuerzo de tejido curado dentro y fuera de autoclave. Se incluyen las tablas con los resultados de DSC y una gráfica ejemplo por cada muestra, donde se obtienen los resultados mostrados en las tablas. Como puede observarse, el programa calcula los datos numéricos de la temperatura de transición vítrea y de la entalpía residual marcando con unos ejes de donde se extraen los resultados.

Tabla 8. Resultados obtenidos por DSC sobre tejido curado en estufa

Panel	Propiedad	1	2	3	Promedio	Desviación Estándar
ESTUFA TEJIDO	AH_c (J/g)	20	19	21	20	1.1
	AH_c corregida (J/g)	63	60	67	63	3.4
	T_g (°C)	190	188	197	192	4.6
	T_{onset}	231	227	231	230	2.6
	T_{peak} (°C)	263	260	264	262	2.0
	% curado	88	89	88	88	0.6

En el caso del tejido curado en estufa, el grado de curado que se obtiene es de un (88±0.6)%, y la T_g se tiene un valor de (192±4.6)°C.

El siguiente gráfico que se muestra (Figura 64), es un ejemplo de las curvas que programa aporta para poder realizar el análisis del ensayo DSC. En la esquina izquierda superior indica el peso de la muestra que a estudio, junto con el método utilizado en la realización del ensayo.

El programa aporta 3 gráficas. La curva verde nos muestra el resultado de la modulación de la muestra a lo largo de las temperaturas fijadas. La curva azul, nos indica la parte reversible de la muestra, donde se puede ver claramente la T_g . Por último, la curva marrón nos indica la irreversibilidad de la muestra, de donde se obtiene por tanto, la entalpía de curado de la misma.

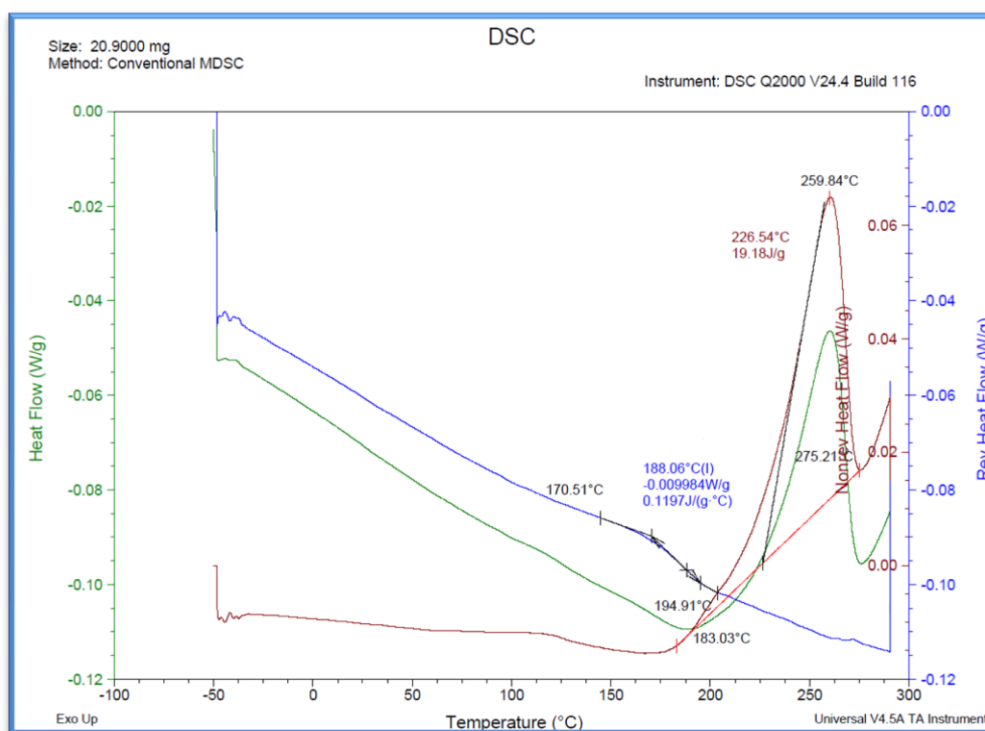


Figura 64. Barrido dinámico a 10°C/min: muestra de tejido curado en estufa

En el gráfico anterior (Figura 64), se muestran los datos obtenidos de la muestra 2 correspondientes a la Tabla 8, donde se obtiene una entalpía de curado (H_c) de 19.18 J/g, una T_g de 188.06°C, una T_{onset} de 227.54°C y una T_{peak} de 259.84°C.

Tabla 9. Resultados obtenidos por DSC sobre tejido curado en autoclave

Panel	Propiedad	1	2	3	Promedio	Desviación Estándar
AUTOCLAVE TEJIDO	AH _c (J/g)	25	30	28	28	2.6
	AH _c corregida (J/g)	77	93	88	86	8.2
	T _g (°C)	199	200	194	198	3.1
	T _{onset}	231	233	231	232	1.2
	T _{peak} (°C)	262	264	263	263	0.8
	% curado	86	83	84	84	1.5

Los resultados obtenidos en el caso del tejido curado en autoclave son un grado de curado de (84±1.5)%, y la T_g se obtiene un valor medio de (198±3.1)°C.

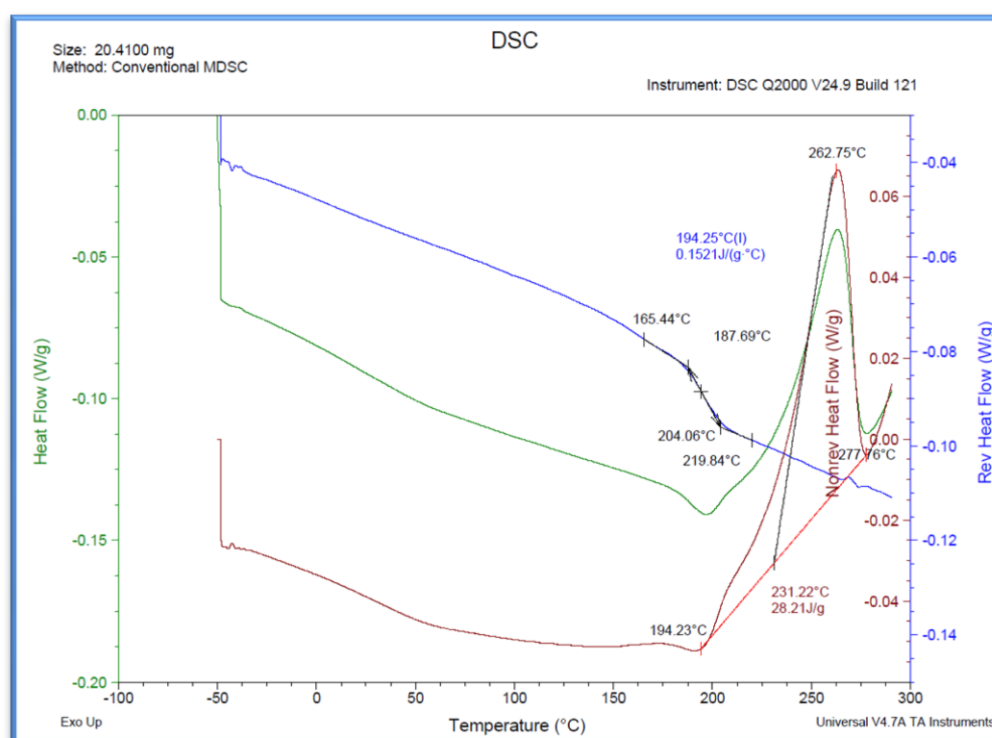


Figura 65. Barrido dinámico a 10°C/min: muestra tejido curado en autoclave

En el gráfico anterior (Figura 65), se muestran los datos obtenidos de la muestra 3 correspondientes a la Tabla 9, donde se obtiene una H_c de 28.21 J/g, una T_g de 194.25°C, una T_{onset} de 231.22°C y una T_{peak} de 262.75°C.

En el caso de la cinta unidireccional, estos son los resultados obtenidos:

Tabla 10. Resultados obtenidos por DSC sobre cinta curada en estufa

Panel	Propiedad	1	2	3	Promedio	Desviación Estándar
ESTUFA CINTA	AH _c (J/g)	15	15	14	15	0.5
	AH _c corregida (J/g)	48	48	45	47	1.7
	T _g (°C)	192	194	183	190	5.9
	T _{onset}	232	228	227	229	2.7
	T _{peak} (°C)	266	264	262	264	2.2
	% curado	89	89	90	89	0.4

Los datos correspondientes a la cinta unidireccional curada en estufa son un grado de curado de (89±0.4)%, y una T_g de (190±5.9)°C.

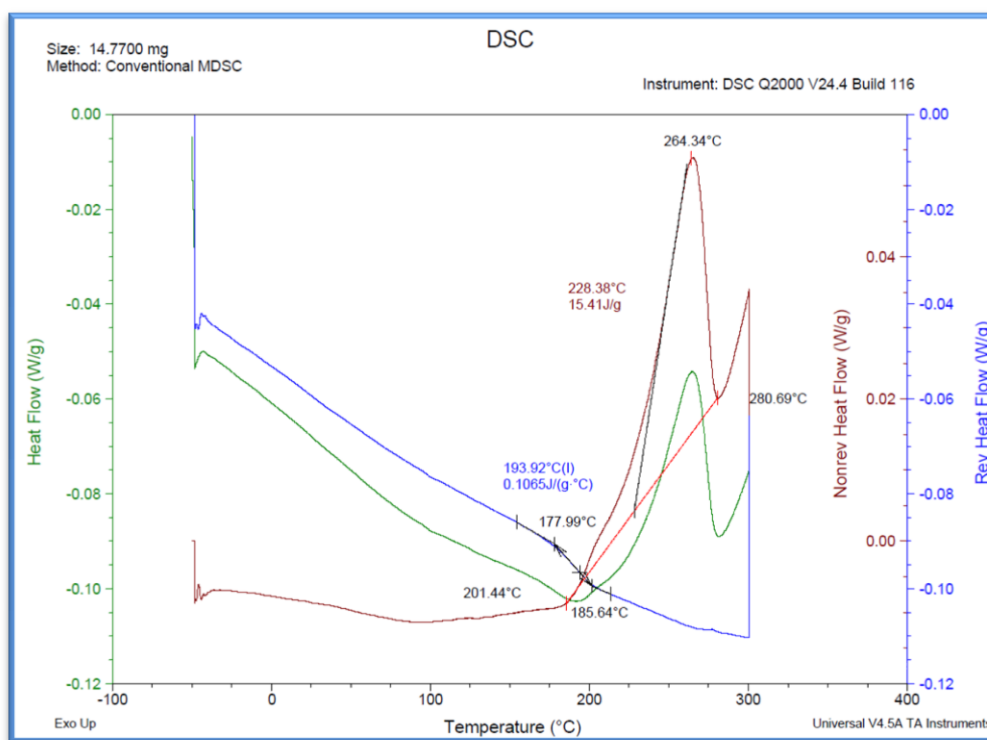


Figura 66. Barrido dinámico a 10°C/min: muestra de cinta curada en estufa

La Figura 66 corresponde a los resultados obtenidos de la muestra 3 indicados en la Tabla 10, donde se obtiene una H_c de 15.41 J/g, una T_g de 193.92°C, una T_{onset} de 228.38°C y una T_{peak} de 264.34°C.

Tabla 11. Resultados obtenidos por DSC sobre cinta curada en autoclave

Panel	Propiedad	1	2	3	Promedio	Desviación Estándar
AUTOCLAVE CINTA	AH _c (J/g)	17	16	16	16	0.4
	AH _c corregida (J/g)	52	51	49	51	1.2
	T _g (°C)	195	196	195	195	0.8
	T _{onset}	223	223	222	223	0.7
	T _{peak} (°C)	255	255	255	255	0.1
	% curado	88	88	89	88	0.3

Los resultados obtenidos para refuerzo de cinta unidireccional curada en autoclave son un grado de curado de (88±0.3)%, y una T_g de (195±0.8)°C.

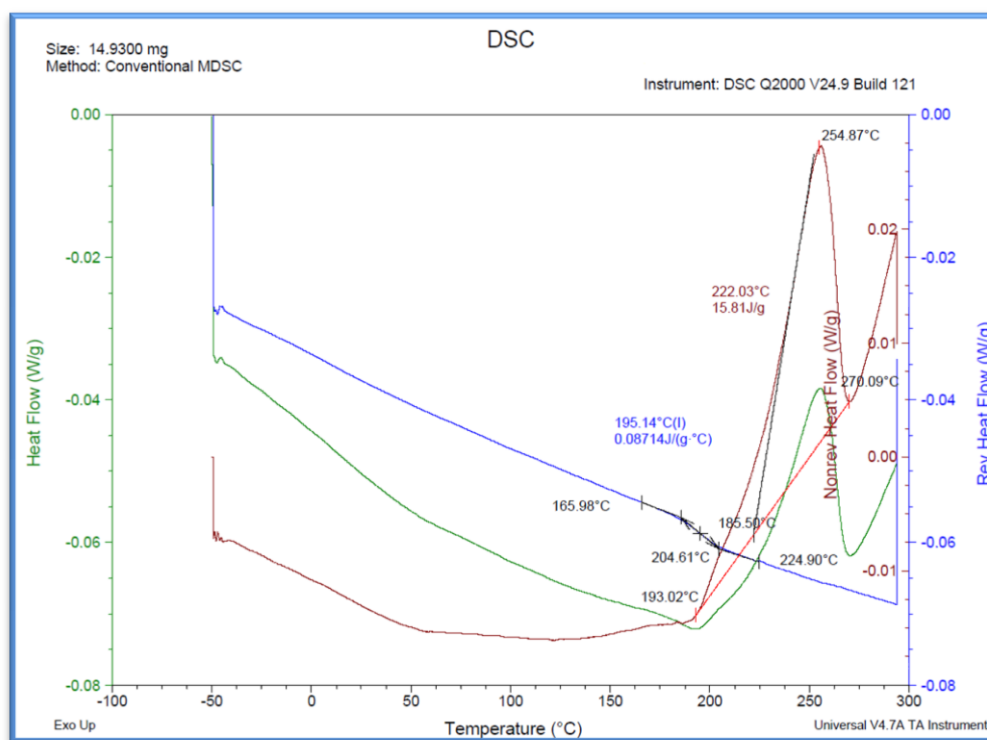


Figura 67. Barrido dinámico a 10°C/min: muestra de cinta curada en autoclave

En el gráfico anterior (Figura 67) se muestran los resultados obtenidos de la muestra 3 indicados en la Tabla 11, donde se obtiene una H_c de 15.81 J/g, una T_g de 195.14°C, una T_{onset} de 222.03°C y una T_{peak} de 254.87°C.

En la Tabla 12 se muestran los resultados que se van a evaluar obtenidos a través del ensayo de DSC.

Tabla 12. Datos a evaluar del ensayo de DSC

		% Curado	T _g (°C)
TEJIDO	Estufa	88±0.6	192±5
	Autoclave	84±1.5	198±3
CINTA	Estufa	89±0.4	190±6
	Autoclave	88±0.3	195±1

En la Figura 68 se exponen los gráficos comparativos obtenidos para refuerzo de tejido, curado en estufa y en autoclave con su margen de error.

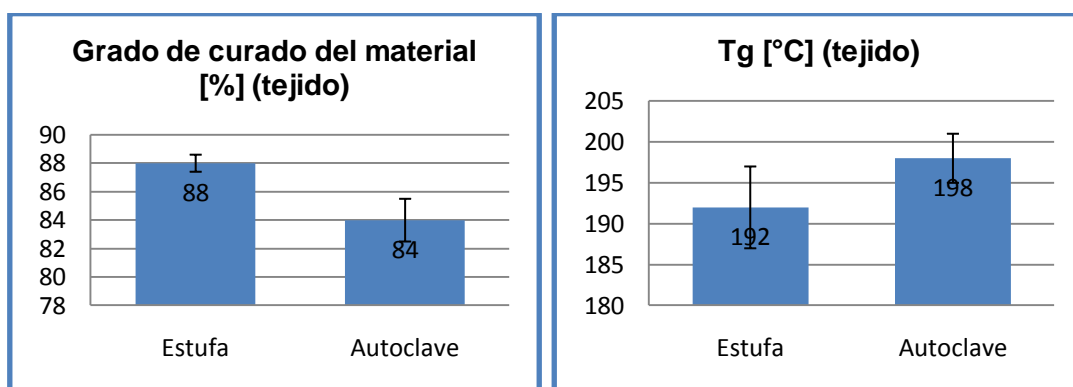


Figura 68. Gráficos comparativos grado de curado y T_g de refuerzo de tejido

En la Figura 69 se muestran los gráficos comparativos realizados para refuerzo de cinta unidireccional, curado en estufa y en autoclave con su margen de error calculado.

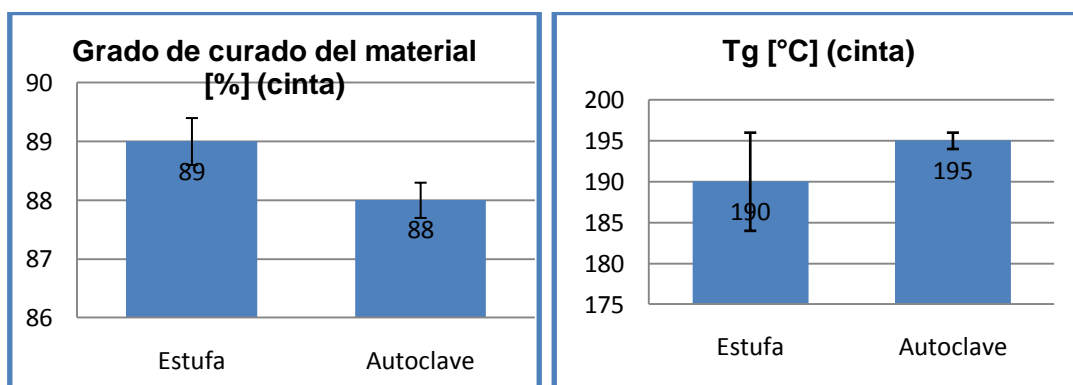


Figura 69. Gráficos comparativos grado de curado y T_g de refuerzo de cinta unidireccional

Con los datos obtenidos por el análisis de los gráficos emitidos por el DSC con la herramienta TA Universal, se han obtenido los valores de las entalpías necesarias para proceder a la obtención del grado de curado del material como se ha descrito anteriormente.

Como se puede observar, en el caso de tejido curado en estufa, se consigue un mayor grado de curado, un 88% frente a un 84% que se obtiene en autoclave. El grado de curado en ambos casos comparado con otro tipo de material, son grados relativamente bajos, ya que se deben alcanzar porcentajes cercanos al 100%. En el caso de este material, referenciado por otros análisis realizados y los datos del fabricante, el grado de curado que se consigue ronda el 90% en el mejor de los casos, por tanto los datos obtenidos se encuentran dentro de los límites esperados en el caso del curado en estufa, y un porcentaje bajo, en el caso del autoclave, lo que indica un curado bajo.

En cuanto a la T_g , es mayor en el caso del material curado en autoclave, llegando a 198°C, frente los 192°C que se obtienen en el caso del material curado fuera de autoclave. Ambos valores se encuentran dentro de lo que el fabricante aporta, ya que es mayor que 175°C.

En el caso del material con refuerzo de cinta unidireccional, las variaciones de curado y entalpía entre los dos tipos de curado, son ínfimas, aunque siguen la misma tendencia que las que encontrábamos en tejido. En el caso del material curado fuera de autoclave, tiene un mayor porcentaje de curado que en el caso de autoclave, al igual que ocurría en el caso del tejido, pero en este caso tan sólo es un 1%, por tanto no es una diferencia como para tener en cuenta.

La T_g , es menor en el caso del material curado fuera de autoclave, tendiendo un valor de 190°C, frente los 195°C, del material curado en autoclave. La diferencia es de 5°C, igual que en el caso del refuerzo de tejido.

Cabe notar que tanto para el caso de tejido, como para el de cinta unidireccional, la dispersión encontrada en los valores de la temperatura de transición vítrea es mayor en el caso del material curado en autoclave, que el curado en estufa.

4.3 Volumen de huecos

El volumen de huecos se ha realizado bajo la norma antes descrita en el apartado 3.4.2.2 Volumen de huecos. Los porcentajes y densidades incluidos en el programa son los aportados por el fabricante del material, que no se adjuntan por confidencialidad de datos.

A continuación se muestran los datos obtenidos para el material con refuerzo de cinta curado en estufa:

Tabla 13. Resultados obtenidos volumen de huecos cinta curada en estufa

	Probeta 1	Probeta 2	Probeta 3	Media	Desviación típica
Peso en aire (g)	0.255	0.2587	0.2656	0.260	0.005
Peso en agua (g)	0.085	0.0892	0.0923	0.089	0.004
Área probeta	0.962	0.985	1.019	0.989	0.029
Densidad del laminado (%)	1.500	1.526	1.532	1.520	0.017
Volumen de fibra (%)	57.6	59.1	59.8	58.8	1.1
Volumen de resina (%)	40.8	40.7	40.2	40.5	0.3
Volumen de huecos (%)	1.6	0.2	0.0	0.6	0.9

Como se observa en la Tabla 13, el volumen de huecos obtenido en el caso de refuerzo de cinta unidireccional curada en estufa es de (0.6 ± 0.9) %. La desviación encontrada es alta, dada la diferencia obtenida en una de las muestras.

Tabla 14. Resultados obtenidos volumen de huecos cinta en autoclave

	Probeta 1	Probeta 2	Probeta 3	Media	Desviación típica
Peso en aire (g)	0.267	0.2665	0.2313	0.255	0.020
Peso en agua (g)	0.089	0.0901	0.0770	0.085	0.007
Área probeta	1.010	1.010	0.915	0.978	0.055
Densidad del laminado (%)	1.498	1.510	1.499	1.502	0.007
Volumen de fibra (%)	57.6	58.2	60.3	58.7	1.4
Volumen de resina (%)	40.5	40.7	36.6	39.3	2.3
Volumen de huecos (%)	1.9	1.1	3.1	2.0	1.0

En la Tabla 14 el volumen de huecos obtenido en el caso de refuerzo de cinta unidireccional curada en autoclave es de (2 ± 1) %.

En el caso del refuerzo de tejido, se obtienen los siguientes resultados:

Tabla 15. Resultados obtenidos volumen de huecos tejido curado en estufa

	Probeta 1	Probeta 2	Probeta 3	Media	Desviación típica
Peso en aire (g)	0.370	0.368	0.362	0.367	0.004
Peso en agua (g)	0.119	0.118	0.118	0.118	0.001
Área probeta	1.034	1.009	1.015	1.019	0.013
Densidad del laminado (%)	1.474	1.471	1.480	1.475	0.004
Volumen de fibra (%)	53.4	52.2	53.7	53.1	0.8
Volumen de resina (%)	45.2	46.8	45.3	45.8	0.9
Volumen de huecos (%)	1.3	1.0	1.0	1.1	0.2

En la tabla anterior (Tabla 15) se muestra el volumen de huecos obtenido en el caso de refuerzo de tejido curado en estufa es de (1.1 ± 0.2) %. Se observan que los datos obtenidos en este caso son muy similares en todas las muestras, disminuyendo el margen de error.

Tabla 16. Resultados obtenidos volumen de huecos tejido curado en autoclave

	Probeta 1	Probeta 2	Probeta 3	Media	Desviación típica
Peso en aire (g)	0.281	0.263	0.271	0.272	0.009
Peso en agua (g)	0.089	0.087	0.085	0.087	0.002
Área probeta	1.087	1.020	1.057	1.055	0.034
Densidad del laminado (%)	1.463	1.495	1.457	1.472	0.021
Volumen de fibra (%)	55.0	56.3	55.3	55.5	0.7
Volumen de resina (%)	41.9	42.7	41.0	41.9	0.8
Volumen de huecos (%)	3.0	1.0	3.7	2.6	1.4

En la Tabla 16 se muestra el volumen de huecos obtenido en el caso de refuerzo de tejido curado en autoclave es de (2.6 ± 1.4) %. Una de las muestras hace que el porcentaje baje, pero como puede comprobarse, los valores son elevados, por tanto el volumen de huecos excede el valor permitido.

En la Tabla 17 se indican los resultados obtenidos sometidos a estudio:

Tabla 17. Datos a evaluar ensayo volumen de huecos

		% Volumen huecos
TEJIDO	Estufa	0.6 ± 0.9
	Autoclave	2.0 ± 1.0
CINTA	Estufa	1.1 ± 0.2
	Autoclave	2.6 ± 1.4

A continuación se muestran en un gráfico comparativo, donde puede observarse las diferencias encontradas entre el volumen de huecos obtenido para ambos refuerzos, curados en estufa y autoclave.

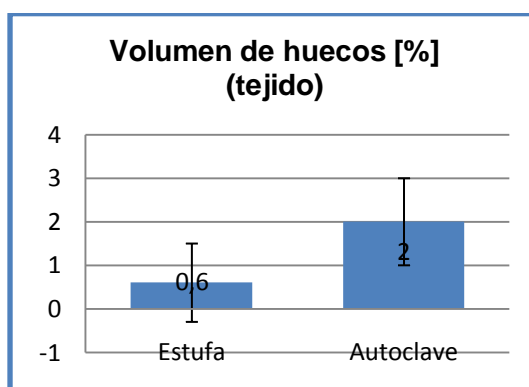


Figura 70. Gráfico comparativo de volumen de huecos con refuerzo de tejido

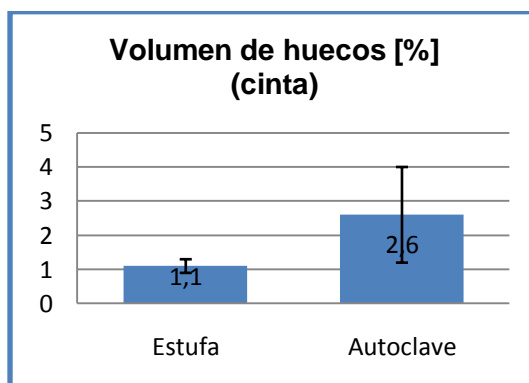


Figura 71. Gráfico comparativo de volumen de huecos con refuerzo de cinta unidireccional

Como se puede comprobar, el porcentaje de volumen de huecos obtenido en el caso del material de refuerzo de tejido curado en estufa, es menor que en el caso de autoclave. Como norma general, cualquier panel con un volumen de huecos mayor del 2%, se encuentra fuera de norma. En el valor obtenido en el caso de curado en estufa, se comprueba que tanto el valor, como el margen de error calculado, se mantienen dentro de la normativa y especificación del fabricante. Pero en el caso del panel curado en autoclave, se observa que el dato obtenido es del 2%, y contando con el 1% de error permitido según la desviación obtenida, en caso de ser por encima del valor, se llegaría incluso a un 3%, por lo tanto, se encuentra fuera de la norma.

De igual manera que ocurre en el caso de tejido, en el caso del cinta unidireccional, el material curado en estufa, contando con el margen de error, se encuentra siempre dentro de la normativa y la especificación del fabricante, encontrándose por debajo del 2% permitido, ya que el valor obtenido es de $(1.1 \pm 0.2) \%$. Pero en el caso del material curado en autoclave, el dato obtenido no se encuentra en normativa, ya que es un valor muy elevado, que asciende a $(2.6 \pm 1.4) \%$.

El volumen de huecos obtenido en el caso del tejido curado en estufa, es un poco superior que en el caso de la cinta unidireccional, pero aun así, son porcentajes más bajos, que los obtenidos al curar el material dentro de autoclave. De igual manera, cabe notar que la dispersión obtenida en el caso de curado de estufa, es menor que en el caso del material curado en autoclave en los dos tipos de refuerzo.

4.4 ILSS

A continuación se muestran los resultados obtenidos mediante el ensayo conocido como ILSS (Interlaminar shear strength o resistencia a la cortadura interlaminar). Se muestran 2 tablas para cada configuración de panel. En la primera se muestran los datos obtenidos directamente del propio ensayo, y en la segunda tabla se muestran los resultados calculados, (valores medios, la desviación y el coeficiente de variación) para comprobar la dispersión de los datos obtenidos en los ensayos y que sea más fácil su posterior análisis.

Primeramente se muestran los datos y resultados de los 2 paneles curados fuera de autoclave dedicados a este ensayo, en la modalidad de cinta unidireccional y en tejido.

Los datos obtenidos y los resultados calculados son los siguientes:

Tabla 18. Datos ensayo ILSS para cinta curada en estufa

Probeta	Espesor (mm)	Ancho (mm)	F _{max} (N)	Resistencia a cortadura (MPa)
1	1.46	10.02	1733	88.38
2	1.48	10.07	1630	82.36
3	1.49	10.10	1713	85.39
4	1.47	10.03	1786	90.85
5	1.47	10.11	1697	85.64

Se ha realizado la media de los datos anteriores obtenidos, y los resultados a estudiar para el material con refuerzo de cinta unidireccional curada en estufa son los siguientes:

Tabla 19. Resultados ensayo ILSS para cinta curada en estufa

Media	86.52
Valor máximo	90.85
Valor mínimo	82.36
Desviación típica	3
Coeficiente de variación %	3

Los resultados obtenidos son muy homogéneos. El valor medio de resistencia a cortadura es de (87 ± 3) MPa para cinta unidireccional curada en estufa.

Tabla 20. Datos ensayo ILSS para cinta curada en autoclave

Probeta	Espesor (mm)	Ancho (mm)	F _{max} (N)	Resistencia a cortadura (MPa)
1	1.61	9.97	2061	96.31
2	1.62	9.97	2077	96.45
3	1.62	10.11	2048	93.80
4	1.59	10.08	1946	91.07
5	1.59	9.96	2092	99.10

Tras obtener media de los datos obtenidos, se derivan los siguientes:

Tabla 21. Resultados ensayo ILSS para cinta curada en autoclave

Media	95.35
Valor máximo	99.10
Valor mínimo	91.07
Desviación típica	3
Coeficiente de variación %	3

Los resultados obtenidos, al igual que en el caso de cinta unidireccional curada en estufa, son muy homogéneos, pero en el caso de cinta unidireccional curada en autoclave el valor es mayor ((95±3) MPa).

En las tablas siguientes, se muestran los datos referidos al tejido en las dos modalidades de curado:

Tabla 22. Datos ensayo ILSS para tejido curado en estufa

Probeta	Espesor (mm)	Ancho (mm)	F _{max} (N)	Resistencia a cortadura (MPa)
1	1.73	10.13	1494	63.94
2	1.70	10.12	1205	52.55
3	1.70	10.13	1489	64.85
4	1.71	10.15	1556	67.22
5	1.71	10.15	1199	51.79

De los datos que se muestran en la Tabla 22, se obtienen los mostrados en la Tabla 23:

Tabla 23. Resultados ensayo ILSS para tejido curado en estufa

Media	60.07
Valor máximo	67.22
Valor mínimo	51.79
Desviación típica	7
Coefficiente de variación %	11

La resistencia a cortadura para el material con refuerzo de tejido curado en estufa es de (60 ± 7) MPa. El valor obtenido es menor que en los casos de cinta unidireccional, y una mayor dispersión.

Tabla 24. Datos ensayo ILSS para tejido curado en autoclave

Probeta	Espesor (mm)	Ancho (mm)	F_{\max} (N)	Resistencia a cortadura (MPa)
1	1.75	10.00	1467	62.88
2	1.80	10.18	1289	52.77
3	1.74	9.92	1451	60.06
4	1.77	9.83	1395	60.14
5	1.81	9.97	1656	68.85

A continuación se muestra la media obtenida para refuerzo de tejido curado en autoclave:

Tabla 25. Resultados ensayo ILSS para tejido curado en autoclave

Media	61.54
Valor máximo	68.85
Valor mínimo	52.77
Desviación típica	5
Coefficiente de variación %	9

Los datos que se obtienen, al igual que en el caso de curado en estufa, son valores inferiores a los de la cinta unidireccional. El valor obtenido en curado en autoclave es un poco superior al de curado en estufa, siendo el primero (61 ± 5) MPa.

En la Tabla 26, se observan los datos obtenidos, mediante los cuales se realiza el posterior estudio del ensayo ILSS. Son los siguientes:

Tabla 26. Datos a evaluar del ensayo ILSS

		Resistencia a cortadura (MPa)
TEJIDO	Estufa	60±6
	Autoclave	61±5
CINTA	Estufa	86±3
	Autoclave	95±3

En los gráficos que se muestran a continuación (Figura 72 y Figura 73), se puede comprobar visualmente los datos obtenidos con su margen de error.

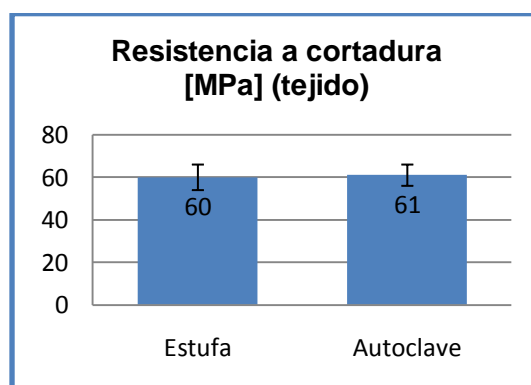


Figura 72. Gráfico comparativo resistencia a cortadura para refuerzo de tejido

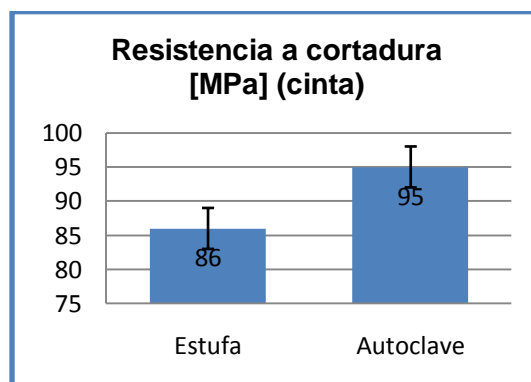


Figura 73. Gráfico comparativo resistencia a cortadura para refuerzo de cinta unidireccional

Los valores obtenidos en el caso del material con refuerzo de tejido son (60 ± 7) MPa en el caso de curado fuera de autoclave, y (61 ± 5) , en el caso de curado en autoclave. Según los datos esperados según referencias del material, sería de (60 ± 5) , por tanto en ambos casos estaríamos dentro de lo previsto.

En el caso del refuerzo de cinta unidireccional, los datos que se encuentran son (95 ± 3) MPa en el caso del curado en autoclave, frente a los (86 ± 3) MPa, que se obtienen en el caso del curado en estufa. El dato aportado por el fabricante es de (90 ± 5) MPa, por tanto los datos obtenidos se encuentran dentro de los márgenes que el fabricante estima pero a diferencia que ocurría con otros factores, en la resistencia a cortadura se obtienen peores resultados curando el material en estufa que en autoclave, pero dado que los valores son cercanos, se toman como válidos para realizar el estudio.

4.5 Ensayo de tracción

A continuación se muestran los datos y resultados obtenidos mediante una máquina de ensayos universal con un útil para la realización del ensayo de tracción o *tensile test parallel to the fibre direction*. Se muestran los datos obtenidos de la resistencia de rotura o tracción y el módulo elástico del material.

Primeramente se indican los resultados obtenidos con cinta unidireccional:

Tabla 27. Datos ensayo tracción para cinta curada en estufa

Probeta	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Carga de rotura (kN)	Resistencia a tracción (MPa)	Módulo elástico (GPa)
1	1.6	14.99	25.97	897.48	131.104
2	1.6	14.97	25.43	979.01	149.630
3	1.6	14.96	28.90	803.18	134.919
4	1.6	15.00	25.22	927.64	139.587

En la Tabla 28, se muestran los valores derivados de la Tabla 27, donde se muestran los datos obtenidos del ensayo. Los valores que se tienen en cuenta en el estudio, son los valores medios de resistencia a tracción, y los valores medios de módulo elástico, junto con sus errores calculados.

Tabla 28. Resultados ensayo tracción para cinta curada en estufa

	Carga de rotura (kN)	Resistencia a tracción (MPa)	Módulo elástico (GPa)
Media	26.38	901.83	138.810
Valor máximo	28.90	979.01	149.630
Valor mínimo	25.22	803.18	131.104
Desviación típica	1	64	7
Coeficiente de variación %	6	7	5

En el caso de cinta unidireccional curada en estufa, se obtiene una resistencia de tracción de (901 ± 64) MPa y un módulo elástico con un valor medio de (138 ± 7) GPa.

Tabla 29. Datos ensayo tracción para cinta curada en autoclave

Probeta	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Carga de rotura (kN)	Resistencia a tracción (MPa)	Módulo elástico (GPa)
1	1.5	14.9	14.70	768.75	137.03
2	1.7	14.7	16.35	776.72	147.11
3	1.7	14.9	14.66	800.33	133.36
4	1.7	14.8	14.54	617.19	135.17

A continuación se muestra la media obtenida para refuerzo de cinta unidireccional curada en autoclave:

Tabla 30. Resultados ensayo tracción para cinta curada en autoclave

	Carga de rotura (kN)	Resistencia a tracción (MPa)	Módulo elástico (GPa)
Media	15.56	740.75	138.16
Valor máximo	16.54	800.33	147.11
Valor mínimo	14.66	617.19	133.36
Desviación típica	1	72	5
Coeficiente de variación %	6	1	4

Para el refuerzo de cinta unidireccional curada en autoclave, se obtiene una resistencia de tracción de (740 ± 72) MPa y un módulo elástico con un valor medio de (138 ± 5) GPa. Se comprueba que el valor de resistencia a tracción obtenido, es notablemente inferior al conseguido en el curado en estufa.

Tabla 31. Datos ensayo tracción para tejido curado en estufa

Probeta	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Carga de rotura (kN)	Resistencia a tracción (MPa)	Módulo elástico (GPa)
1	1.7	15.2	23.72	897.50	69.19
2	1.7	15.2	25.80	979.00	68.79
3	1.8	15.2	22.04	803.18	63.91
4	1.8	15.1	25.14	864.04	71.73

En la Tabla 32 se muestra la media obtenida de los datos anteriores (Tabla 31) para el material con refuerzo de tejido curado en estufa.

Tabla 32. Resultados ensayo tracción para tejido curado en estufa

	Carga de rotura (kN)	Resistencia a tracción (MPa)	Módulo elástico (GPa)
Media	24.19	885.93	68.40
Valor máximo	28.88	979.00	71.73
Valor mínimo	22.04	803.18	63.91
Desviación típica	1	62	3
Coeficiente de variación %	6	7	4

En el caso de refuerzo de tejido curado en estufa se han obtenido los siguientes resultados: resistencia de tracción (885 ± 62) MPa y módulo elástico (68 ± 3) GPa. Se comprueba que el valor de resistencia a tracción es inferior a los obtenidos con refuerzo de cinta unidireccional.

Tabla 33. Datos ensayo tracción para tejido curado en autoclave

Probeta	Espesor (mm)	Ancho (mm)	Carga de rotura (kN)	Resistencia a tracción (MPa)	Módulo elástico (GPa)
1	1.9	14.9	21.29	650.40	62.40
2	1.9	14.8	21.41	668.07	66.01
3	1.9	14.9	22.54	580.14	65.56
4	1.9	14.9	17.32	664.94	62.13

De los datos que se muestran en la Tabla 34, se obtienen los siguientes resultados medios:

Tabla 34. Resultados ensayo tracción para tejido curado en autoclave

	Carga de rotura (kN)	Resistencia a tracción (MPa)	Módulo elástico (GPa)
Media	20.64	643.39	64.02
Valor máximo	22.54	668.07	66.01
Valor mínimo	17.32	580.14	62.13
Desviación típica	1.88	31	2
Coeficiente de variación %	10	5	3

Para el refuerzo de tejido curado en autoclave, se obtiene una resistencia de tracción de (643 ± 3) MPa y un módulo elástico con un valor medio de (64 ± 2) GPa.

En la Tabla 35, se muestran los resultados obtenidos mediante el ensayo de tracción, con los que se realiza la evaluación posterior. Seguidamente se muestran cuatro gráficos, en los que se puede observar las variaciones obtenidas, y los errores calculados para cada caso.

Tabla 35. Datos a evaluar ensayo de tracción

		Resistencia a tracción (MPa)	Módulo elástico (GPa)
TEJIDO	Estufa	885±62	68±3
	Autoclave	643±31	64±2
CINTA	Estufa	901±64	138±7
	Autoclave	740±72	138±5

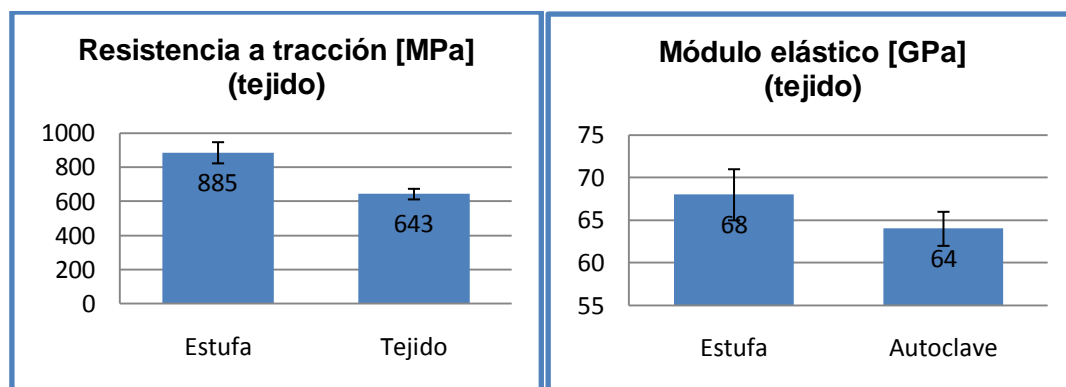


Figura 74. Gráfico comparativo resistencia a tracción y módulo elástico para refuerzo de tejido

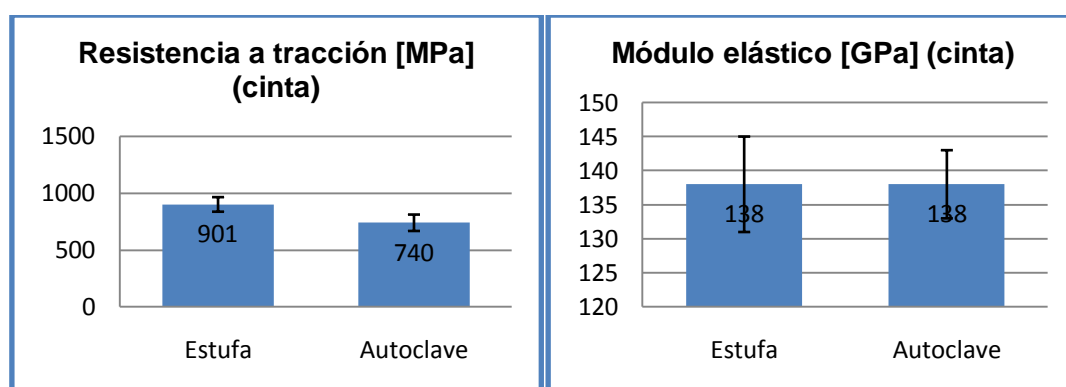


Figura 75. Gráfico comparativo resistencia a tracción y módulo elástico para refuerzo de cinta unidireccional

En los resultados obtenidos de resistencia a tracción, los valores son mayores en el caso del material curado en estufa para refuerzo de tejido, donde se puede comprobar que el valor que se obtiene con el material fuera de autoclave es mayor ((885 ± 62) MPa) que el curado en autoclave ((643 ± 31) MPa). La dispersión en los datos es mayor en el caso de curado en autoclave que en el caso de curado en estufa.

Para el caso de refuerzo de cinta unidireccional, la resistencia a la tracción obtenida tiene un valor de (901 ± 64) MPa para el material curado en estufa, mientras que en el caso de los valores obtenidos en el panel curado en autoclave el valor sería de (740 ± 72) MPa. Puede comprobarse que la dispersión de los datos es mayor en el caso del curado en autoclave.

En el caso del módulo, dado que es un dato que se refiere a las fibras del compuesto, se puede comprobar que los datos son muy similares, y reproducibles en ambos casos, teniendo una mayor dispersión en el caso de la cinta unidireccional que en el tejido, pero de igual manera en ambos casos poco relevantes.

5 Conclusiones

Las conclusiones obtenidas en el proyecto se muestran indicadas según el ensayo realizado, y por último una conclusión general relacionada con los objetivos esperados inicialmente.

- Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

A través del ensayo DSC se ha obtenido la T_g y el grado de curado del material. Con los resultados obtenidos se llega a la conclusión de que el curado en estufa o en autoclave no altera estos factores. Son valores similares (grados de curado del 88% y T_g entre 190-198°C), y dentro de la normativa y especificación del fabricante.

- Volumen de huecos (V_H)

El volumen de huecos de los laminados contruidos es importante a la hora de controlar su compactación y la porosidad. Se tiene que tener un valor inferior al 2% para ser válido en el ámbito aeronáutico. Con los datos obtenidos en el ensayo realizado, se observa que los valores de porcentaje de huecos es menor en el caso de los laminados curados en estufa ((0.6±0.9) % en el caso de tejido y (1.1±0.2) % en el caso de cinta unidireccional) que en los curados en autoclave ((2.0±1.0) % en el caso de tejido y (2.6±1.4) % en el caso de cinta unidireccional), y con una menor dispersión.

En este caso se ve que ocurre lo contrario de lo que se podría esperar, por tanto, se puede decir que este material, al ser especial para el curado fuera de autoclave, se comporta mejor, y se obtienen mejores resultados, al curarlo fuera de autoclave que dentro, obteniendo mejor compactación tanto para tejido como para cinta unidireccional.

- Ensayo de cortadura interlaminar (ILSS)

Las mejores propiedades mecánicas del material se pueden determinar con un valor alto de resistencia a cortadura interlaminar. Con los datos obtenidos, se observa que para ambos refuerzos, el valor más alto se obtiene para el material curado en autoclave.

Los valores obtenidos en el caso de tejido, son muy similares ((60 ± 6) MPa para el curado en estufa y (61 ± 5) MPa para el curado en autoclave), por tanto podemos concluir que el proceso de curado del material no ha afectado notablemente a esta propiedad mecánica con dicho refuerzo.

En el caso de tener cinta unidireccional, se puede comprobar que el valor obtenido en el caso del curado en autoclave es mayor (95 ± 3 MPa) que en el caso del procesado en estufa (86 ± 3 MPa). En este caso, se verían afectadas en mayor medida las propiedades del material que en el caso del tejido, pero no son valores fuera de la normativa, por tanto se puede concluir, que de igual manera, no se verían afectadas las características del material según su proceso de curado.

Comparando los resultados obtenidos para los dos tipos de refuerzo, se puede observar que la resistencia a cortadura en el caso de la cinta unidireccional, es mayor que en el caso del tejido, como se podría esperar, ya que las fibras muestran una oposición a la deformación con todas las fibras en una misma dirección perpendicular a los rodillos de aplicación de fuerzas, mientras que el tejido tiene tan sólo la mitad de las fibras orientadas en ese sentido, por tanto ofrece menor resistencia.

- Ensayo de tracción

Las propiedades mecánicas obtenidas según en ensayo de tracción, se pueden observar comparando la resistencia a tracción que adquiere el material. Para obtener mejores propiedades, el valor debería ser mayor.

En ambos casos se puede comprobar que los valores obtenidos para el material, en cualquiera de sus dos refuerzos, curado en estufa adquieren mejores propiedades mecánicas referidas a la tracción que soporta dicho material, obtenido (885 ± 62) MPa en el caso de tejido, y (901 ± 64) MPa en el caso de cinta unidireccional, frente a los resultados obtenidos para curado en autoclave (643 ± 31) MPa para el refuerzo de tejido y (740 ± 72) MPa para la cinta unidireccional).

Una vez más se comprueba, que el material a estudio, dado que es un material específico para ser curado en estufa, adquiere mejores propiedades mecánicas en este caso, que si se procede a su curado en autoclave.

El valor del módulo elástico del material depende principalmente de la fibra del compuesto, por tanto el proceso de curado no debe afectar este dato, como se observa que ocurre. En ambos casos el módulo obtenido es reproducible y similar.

Como últimas conclusiones generales se puede decir, que de los resultados obtenidos en los ensayos realizados, las propiedades generales del material son mejores en el caso del material curado en estufa.

Se ha podido comprobar que el material utilizado siendo específico para ser curado en estufa, es capaz de adquirir propiedades de materiales conocidos curados en autoclave. Por tanto, se puede concluir diciendo que con la entrada de nuevos materiales compuestos al mercado, con resinas de composiciones específicas para ser curadas en estufa en ausencia de presión, se pueden obtener propiedades comparables a los valores obtenidos hasta el momento con curados en autoclave, con el ahorro económico y energético que esto supone.

6 Líneas de investigación para el futuro

Este proyecto pertenece a un estudio que se está llevando a cabo en la Fundación para la Investigación, Desarrollo y Aplicación de los Materiales Compuestos (FIDAMC). El estudio consta de más comprobaciones de las propiedades obtenidas con dicho material, con el fin de poderlo utilizar en un futuro para realización de estructuras primarias aeroespaciales.

Como se ha planteado en dicho proyecto, se están intentando abrir nuevas vías de investigación aplicando nuevos materiales y nuevos sistemas de fabricación, con el fin de disminuir tanto los costes económicos, como el consumo energético, optimizando y automatizando los procesos actuales para el desarrollo de materiales compuestos.

Con los datos obtenidos, se puede considerar que sería importante poder seguir estudiando dicho material, ya que los datos son positivos, y su uso supondría la eliminación del autoclave en el curado de determinadas piezas, y el ahorro que esto supone.

Otras vías de investigación posibles, sería realizar la misma caracterización con otros materiales específicos para curado fuera de autoclave. Compararlos y poder optimizar el material del que se obtengan mejores prestaciones.

Dejando a un lado la investigación de nuevos materiales, también se podrían comenzar a utilizar otro tipo de procesos de curado. Actualmente ya hay estudios relacionados con estos temas, y sería conveniente mejorarlos, ya que el ahorro que se puede obtener es importante, económica y energéticamente hablando.

7 Presupuesto

En este apartado se presenta una valoración aproximada de los gastos que ha conllevado la realización del proyecto. En la estimación se ha tenido en cuenta:

- Coste de fabricación, realización de ensayos y material.
- Coste de personal.

A continuación se muestran dos tablas en las que se desglosa dicho presupuesto:

Tabla 36. Costes fabricación, ensayos y material

Concepto	Unidades	Precio unitario	Total
Material fibra de carbono	-	1000 €	1000 €
Materiales auxiliares	-	100 €	100 €
Fabricación paneles estufa	8	600 €	4800 €
Fabricación paneles autoclave	8	900 €	7200 €
Ensayos no destructivos	16	120 €	1920 €
Ensayo DSC	12	100 €	1200 €
Ensayo V_H	12	40 €	480 €
Ensayo ILSS	20	45 €	900 €
Ensayo tracción	16	80 €	1280 €
TOTAL			18880 €

Tabla 37. Coste de personal

Concepto	Número de horas	Coste horario	Total
Horas investigación	500 h	30 €/h	15000 €
Horas fabricación y ensayos	400 h		12000 €
Horas redacción y discusión	300 h		9000 €
TOTAL			36000 €

Por tanto, el coste total del proyecto realizado se estima en:

Tabla 38. Coste total del proyecto

Concepto	Total
Costes fabricación, ensayos y material	18880 €
Coste de personal	36000 €
TOTAL	54880 €

8 Glosario

ATL	<i>Automatic Tape Laying</i> (Encintado automático)
CFRP	<i>Carbon fiber reinforced polymer</i> (Fibras de carbono reforzadas con matriz polimérica)
C_p	Calor específico
DSC	<i>Differential scanning calorimetry</i> (Calorimetría diferencial de barrido)
FP	<i>Fiber Placement</i> (Posicionado de fibras)
H_c	Entalpía de curado
ILSS	<i>Interlaminar shear strength</i> (Resistencia a la cortadura interlaminar)
INTA	Instituto Nacional de Técnica Aeroespacial
OoA	<i>Out of Autoclave</i> (fuera de autoclave)
PAN	Poliacrilonitrilo
PEEK	Polieteretercetona
PEI	Polieterimida
PEKK	Polietercetonaacetona
PPS	Poli-sulfuro de fenileno
RFI	<i>Resin Film Infusion</i> (Infusión de la resina en forma de film)
RIM	<i>Resin Infusion Moulding</i> (Moldeo por inyección de resinas)
RLI	<i>Resin Liquid Infusion</i> (Infusión en húmedo)
RTM	<i>Resin transfer molding</i> (Moldeo por transferencia de resinas)
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i> (Microscopio electrónico de barrido)

SMA	<i>Sheet Molding Compound</i> (Moldeo manual por laminado)
T_c	Temperatura de cristalización
T_g	Temperatura de transición vítrea
T_m	Temperatura de fusión
T_{onset}	Temperatura de inicio del proceso de curado
T_{peak}	Temperatura de pico
V_H	Volumen de huecos

9 Referencias

- [1] Ignat M., “Selección de Material para estructura primaria de un soporte de una turbina de un avión” Facultad de ingeniería de la Concepción, 2007.
- [2] Hinrichsen Jens, “Airbus A380: Vertical Tailplane”. Praxis-Seminar Luftfahrt, Hochschule für Angewandte Wissenschaften Hamburg, DGLR, VDI Hamburg, April 10th, 2003.
- [3] Quickstep Technologies y Dale Brosius, “An Out-of-Autoclave Innovation for Advanced Composites Fabrication” Quickstep Technologies 2008
- [4] SME, “An out of autoclave innovation for advanced composites fabrication”. The SME Composites Manufacturing, Abril 2008.
- [5] Brosius Dale y Noble Nick, “Economic comparison of autoclave and quickstep processes for high volume advanced composite automotive components”. Quickstep Technologies Pty. Ltd. 2004.
- [6] Airbus España: “Curso de materiales compuestos. Módulo avanzado”. Materiales y procesos (ESWV), Edición 1, Junio 2005.
- [7] García Castillo S.K., “Análisis de laminados de materiales compuestos con precarga en su plano y sometidos al impacto”, Universidad Carlos III de Madrid, 2007.
- [8] Peña Fernandez A.L., “Comportamiento ante el impacto de materiales compuestos de carbono e híbridos”. Politécnica de Madrid, 2006.
- [9] Arroyo M.C: “Fibras de uso industrial y riesgos para la salud. Teorías sobre la carcinogenicidad de las fibras. Proc. Jornada técnica riesgos por exposición a la fibra de vidrio y otras fibras manufacturadas”. INSHT Centro Nacional de Verificación de Maquinaria, Vizcaya 1990.
- [10] Edison T.: “Electric-Lamp”, US Patents 223,898, 1880.
- [11] Bacon R. and Tang M. M.: “Carbonization of cellulose Fibers I” Carbon, Volume 2, 1964.

- [12]** Bacon R. and Moses C. T.: "High Performace Polymers-Their Origin and Development", R.B. Seymour and G.S. Kirshen-baum, Ed. Elseveir, 1986.
- [13]** Donnet J.B. and Barsal R.C.: "Carbon Fibers" 2nd ed., Marcel Dekker, 1990.
- [14]** Miracle Daniel B. and Donaldson Steve L.: "Composites" Volume 21. ASM Handbook, in ASM International, The Materials Information Society.
- [15]** Shariq K., Anderson E. and Yamaki M., "Carbon Fibers", Chermical Economics Handbook Market Research Report, SRI International, Menlo Park, CA, Julyu 1999.
- [16]** Miravete, A.: "Materiales Compuestos" tomo I. Antonio Miravete, 2000.
- [17]** Air Force Flight Dynamiscs Laboratory (FBC): "Advanced Composite Design Guide", 3rd ed., 2nd revision. Wright-Patterson Air Force Base, Dayton, 1976
- [18]** Fanegas Nuria, "RTC: Técnicas de laboratorio". FIDAMC, 2011.
- [19]** Goodman S.H.: "Handbook of Thermoset Plastics". Noyes Publications, Westwood, 1998.
- [20]** Lee H. and Neville K.: "Handbook of Epoxy Resisns", McGraw-Hill, 1967.
- [21]** Brydson J.A.: "Plastic Materials", Iliffe Books Ltd./D. Van Nostrand Co., 1966.
- [22]** Prolongo S.G.: "Termoestables Híbridos Orgánico-inorgánicos: Síntesis, Caracterización y Propiedades". Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid 2003.
- [23]** I+D-P-233: "Fabricación de estructuras con materiales compuestos de fibra de carbono (Laminados y Sanchwich)", 2007.
- [24]** Departament of Defence. "Polymer matrix composites guidelines for characterization of structural materials", Composites materials handbook Volume 1. June 2002.
- [25]** Aerospace Series "Test method for the determinaticon of the resin and fibre content". Carbon fibre preimpregnates. EN 2559, 1997.

- [26]** “Carbon fibre reinforced plastics.- Determination of the apparent interlaminar shear strength”, EN 2563, Deutsche norm, Marzo 1997.
- [27]** “Carbon fibre reinforced plastics.– Tensile test parallel to the fibre direction”, EN 2561, Deutsche norm, Noviembre 1995.